
**Präzisionsbearbeitung bearbeitbarer Festkeramiken im ungebrannten
Zustand durch Trennschleifen**

**Von der Fakultät für Maschinenbau
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur
genehmigte Dissertation**

**von
Dipl.-Ing.
Manuel Stompe**

2017

1. Referentin/Referent Prof. Dr.-Ing. L. Rissing

2. Referentin/Referent Prof. Dr.-Ing. B. Denkena

3. Referentin/Referent Prof. Dr.-Ing. T. Ortmaier

Tag der mündlichen Prüfung: 04.11.2016

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mikroproduktionstechnik (IMPT) der Leibniz Universität Hannover.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Lutz Rissing, dem Leiter des IMPT, gilt mein besonderer Dank für die vertrauensvolle und wohlwollende Unterstützung, die ich während meiner Tätigkeit am Institut erfahren habe.

Weiterhin möchte ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des IMPT für die Zusammenarbeit und den wissenschaftlichen Austausch bedanken.

Ein weiterer großer Dank gilt meiner Familie und meiner Partnerin, die mich in der Zeit dieser Arbeit voll unterstützt haben.

Hannover, im Mai 2016

Manuel Stompe

Zusammenfassung

Nichtmetallische Materialien werden seit langer Zeit im Maschinenbau eingesetzt. Aufgrund ihrer Vielfältigkeit bietet diese Werkstoffgruppe ein hohes Einsatzpotential. Anwendung im Maschinenbau finden solche Werkstoffe im Bereich der Mikroproduktionstechnik. Hierbei dient diese Werkstoffgruppe als Trägermaterial für Beschichtungsprozesse (Substrat), als Isolationsmaterial in mikroelektronischen Bauteilen (MEMS) und als Strukturelement in Baugruppen. Besonders keramische Materialien werden verwendet, sobald hohe Stabilität gegenüber widrigen chemischen und physikalischen Bedingungen gefordert ist. Einsatzgebiete finden sich in der Medizin-, der Automobil- und der Computertechnik. All die positiven Eigenschaften können nur durch eine angepasste, wirtschaftliche und effiziente Bearbeitung nutzbar gemacht werden. Dafür werden Forschungsarbeiten benötigt, um die Erkenntnisse auf zukünftige Anwendungsfelder zu erweitern und vorhandene Prozesse zu optimieren oder sogar zu verbessern.

In dieser Arbeit soll der mikrotechnologische Prozess des Trennschleifens für bearbeitbare Festkeramiken untersucht und folgende Fragen beantwortet werden: Wie verhält sich eine ungebrannte Keramik? Wie kann dieses Material das vorhandene Materialspektrum der Mikroproduktion erweitern? Wie kann das Potential nutzbar gemacht werden?

Das in dieser Arbeit verwendete Material ist ein silikatisches, keramisches Mineral mit dem Namen Pyrophyllit. Das Besondere an diesem Material ist, dass es nicht, wie üblich, nach dem Sintern schwindet, es nimmt vielmehr um bis zu 2 % an Volumen zu. Dadurch soll eine teure Nachbearbeitung der Keramiken vermieden werden, da diese Hauptkostentreiber für die Verarbeitung dieser Materialgruppe ist.

Zielsetzung in dieser Arbeit ist es, einen mikrotechnischen Bearbeitungsprozess am Beispiel des Trennschleifens für ungebrannte Keramik zu untersuchen und weiter zu entwickeln. Eine endkonturnahe mechanische Bearbeitung durch Trennschleifen soll ohne Sonderfertigungsverfahren oder Abstriche in den Materialeigenschaften nach dem Sintern erreicht werden.

Schlagworte: Trennschleifen, Nanoindentation, ungebrannte Keramik

Abstract

Title: Precision machining of easy machinable unfired ceramics by dicing.

Nonmetallic materials are used in mechanical engineering for a long time. This group of materials offers a high application potential because of its diversity. A field of mechanical engineering that applies those materials is the micro-production technology. Here, this group of materials is used as substrate material for coating processes, as insulation material in microelectronic devices (MEMS), and as a structural element in assemblies. The group of ceramic materials is required when high stability is needed to adverse chemical and physical conditions. Their application is located in the medical, automotive, and computer technology. Using these materials, new concepts for lightweight construction and microsystems could be realized. All the positive characteristics can be exploited only by a customized, economical and efficient processing. Research projects such as these are needed to enhance the new findings on future fields of application and optimize existing processes or even improve.

In this thesis, the micro-technological process of the dicing for easy to machine ceramics should be investigated and the following questions were answered: How does a "green ceramic" is diced? How can this material be integrated into the existing range of knowledge? How can the potential be used for micro-production technology?

The material used in this work is a silicate, ceramic mineral named pyrophyllite. The special thing about this material is that it is not, as otherwise usual, shrink after sintering, but it rather increases up to 2 % in volume. This avoids an expensive post-processing of ceramics since this is a major cost factor for the processing of ceramics.

The objective of this thesis is to develop the machining process in micro-production as an example of dicing and to enhance the knowledge of the cutting mechanism for green ceramics. A near net shape machining by abrasive is achieved without special manufacturing processes or compromising in the material properties after sintering.

Keywords: Dicing, Nanoindentation, unsintered ceramics

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Stand der Forschung	3
2.1. Keramische Werkstoffe in der Mikrotechnologie.....	3
2.1.1. Einteilung keramischer Werkstoffe	3
2.1.2. Eigenschaften technischer Keramiken	5
2.1.3. Sintern von keramischen Werkstoffen	6
2.1.4. Sintern von Pyrophyllit.....	9
2.2. Bearbeitung keramischer Werkstoffe.....	10
2.2.1. Mechanische Verarbeitung von Werkstoffen in der Mikrotechnologie ..	11
2.2.2. Verarbeitung grüner oder weißer Keramiken.....	16
2.2.3. Dünnschichttechnische Bearbeitung von Keramiken	19
2.3. Integration von Keramiken in die Mikrosystemtechnik.....	20
2.4. Fazit aus dem Stand der Technik.....	22
3. Aufgabenstellung und Zielsetzung	24
4. Vorgehensweise und Versuchsplanung	26
5. Versuchstechnik.....	29
5.1. Sintern	29
5.2. Trennschleifen	29
5.3. Materialcharakterisierung	31
5.3.1. Härte und E-Modul	31
5.3.2. Volumen und Masse.....	35
5.4. Oberflächencharakterisierung	37
6. Adaption eines Sinterprozesses für Mikrostrukturen.....	40
6.1. Anpassung des Sinterprozesses	40
6.2. Untersuchung des Sinterprozesses und der Volumenvergrößerung	42
6.3. Einfluss der Mikrogeometrie auf das Sinterverhalten	45

6.4.	Verständnis für den Sinterprozess für mikrotechnologische Bauteile...	47
7.	Mechanische Bearbeitung von ungebrannter Keramik	52
7.1.	Entwicklung eines Trennschleifprozesses für ungebrannte Keramiken	52
7.2.	Ermittlung der Prozesskräfte beim Trennschleifen	61
7.3.	Verschleißmessung mit definierten Trennschleifblättern	71
7.4.	Strukturierungsgenauigkeit von ungebrannter Keramik	77
7.5.	Verständnis für optimalen Trennschleifprozess.....	83
8.	Modellvorstellung zum Trennschleifen spröd-weicher Materialien.....	88
8.1.	Härte und E-Modul	88
8.2.	Ritztests	96
8.3.	Modellvorstellung zum Trennverhalten spröd-weicher Werkstoffe	102
9.	Schlussfolgerung und Ausblick.....	105
10.	Zusammenfassung.....	108
11.	Literaturverzeichnis	110

Bildverzeichnis

Bild 2.1.1.1 Einteilung der genutzten Materialien (nach [KOL09])	4
Bild 2.1.3.1 Prozessablauf des Sinterns nach Telle [TEL07]	7
Bild 2.1.3.2 Grundlegender Ablauf des Sinterns [KAG14]	8
Bild 2.1.4.1 Mullit in einer a) Lichtmikroskop- und b) REM-Aufnahme	10
Bild 2.2.1.1 Einteilung laut DIN 8589 [UHL13, DIN8589 Teil 11]	11
Bild 2.2.1.2 Prinzip des Trennschleifprozesses	12
Bild 2.2.1.3 Eingriffsverhältnisse beim Trennschleifen (nach [DEN11])	13
Bild 2.2.1.4 Zusammenhang der Spannungsdicken der Diamanten (nach [DEN11])	14
Bild 2.2.1.5 Rasterelektronenaufnahme (REM): Pyrophyllit gesintert nach Ritztest	15
Bild 2.2.2.1 Bearbeitungszeitpunkte für keramische Materialien [WES03, SPU89]	18
Bild 2.4.1 Trend zur Suchanfrage „green ceramic“ über Google Trends	23
Bild 4.1 Vorgehensweise	26
Bild 4.2 Modellbildung durch Nanoindent und Ritztest	28
Bild 5.1.1: a) Sinterofen Außenansicht und b) Sinterofen Brennkammer	29
Bild 5.2.1: Schaubild der Leistungsmessung [SHL13]	30
Bild 5.2.2: a) Bearbeitungsraum Trennschleifmaschine, b) Außenansicht Disco DAC551 und c) Trennschleifscheibenauswahl	30
Bild 5.3.1.1 Messaufbau Hysitron und c–e) Darstellung verschiedenster Messspitzen	32
Bild 5.3.1.2 Prinzip der Reibwertanalyse	32
Bild 5.3.1.3 Vergleich von Mikro- und Nanoindentverfahren in Aluminium	33
Bild 5.3.1.4 Kurven für Indenttests	34
Bild 5.3.1.5 Funktionen für Ritztests: a) Zeit-Kraft-Funktion und b) Zeit-Weg- Funktion	35
Bild 5.3.2.1 a) Waage und b) Geometriemuster	36

Bild 5.3.2.2 Prinzip des Trockenspiegels im Querschnitt	36
Bild 5.4.1 Konfokales Mikroskop a) und Messaufbau Objektiv und b) Werkstück	37
Bild 5.4.2 Auswertekonzept für a) die mittlere Rauheit und b) gemittelte Rautiefe	38
Bild 5.4.3 Messprinzip für die Quantifizierung des Chippings	39
Bild 6.1.1 Farbliche Veränderung der Keramik von grün über weiß zu gesintert	40
Bild 6.1.2 Vergleich der Volumenänderung bei unterschiedlicher Geometrie	41
Bild 6.2.1 Masseänderung und Temperaturänderung über die Zeit	43
Bild 6.2.2 Volumenänderung über die Sinterzeit.....	44
Bild 6.2.3 Mullitkristalle auf Oberfläche und als Kristallstruktur [SHA08].....	45
Bild 6.3.1 Masseänderung durch verlängertes Trocknen länger als 14 Stunden	46
Bild 6.3.2 Zeitlicher Zusammenhang des Trockenspiegels mit dem Oberflächen- zu-Volumen-Verhältnis	46
Bild 6.3.3 Verlauf des Weißspiegels für 0–7 Stunden Sinterzeit	47
Bild 6.4.1 Verlauf der gemessenen Härte und des E-Moduls in Abhängigkeit von der Temperatur	49
Bild 6.4.2 Verlauf Härte und E-Modul über Probenquerschnitt (teilgetrocknet) ...	49
Bild 6.4.3 XRD-Analyse des gesinterten Materials (Institut für Werkstoffkunde) .	50
Bild 7.1.1 Prinzipbild zur Messung des Öffnungswinkels und des Chippings	55
Bild 7.1.2 Optische Auswertekriterien Chipping und Öffnungswinkel für die Bewertung der Schnittergebnisse	56
Bild 7.1.3 Prozessmodell des Design of Experiments.....	56
Bild 7.2.1 Werkstück a) und Werkzeug b) für Kraftmessungen.....	61
Bild 7.2.2 Messaufbau für die Kraftmessungen beim Trennschleifen	62
Bild 7.2.3 Gesamtschnittverlauf durch Silizium: weiß (S2–4) und grün (S1)	63
Bild 7.2.4 Detailansicht für Silizium	63
Bild 7.2.5 Detailansicht Pyrophyllit weiß S4	64
Bild 7.2.6 Verlauf der Schleifkräfte beim Trennen von Siliziumkarbid	66

Bild 7.2.7 Oberflächenanalyse zur Ermittlung der Geometriefaktoren.....	67
Bild 7.3.1 Trennschleifblattrauheit vor und nach dem Einsatz unter Verwendung von optimalen Prozessparametern.....	73
Bild 7.3.2 Vergleich der Durchmesseränderung der optimalen Parametersätze .	74
Bild 7.3.3 a) Radialer Verschleiß in gesintertem Pyrophyllit S5, b) Draufsicht verschlissenes Trennschleifblatt und c) Detailansicht verschobener Diamant	74
Bild 7.3.4 Vergleich der Leistungskurve beim Trennschleifen von Aluminiumoxid und gesintertem Pyrophyllit S5.....	75
Bild 7.3.5 Langzeit Verschleißuntersuchung an ungebrannter Keramik S1.....	77
Bild 7.4.1 Array für die Strukturierungsversuche	78
Bild 7.4.2 Aspektverhältnis der kleinsten Quader	79
Bild 7.4.3 Höhenänderung in % der Strukturen vor und nach dem Sintern	79
Bild 7.4.4 Maximales Aspektverhältnis an Quadern der Kantenlänge 4 mm	80
Bild 7.4.5 Flächengenauigkeit vor und nach dem Sintern	81
Bild 7.4.6 Draufsicht ungebrannte Keramik mit eingebetteten Al_2O_3 -Partikeln ...	82
Bild 7.4.7 Beispiel der geschliffenen Strukturen durch die Al_2O_3 -Partikel in der Keramik.....	82
Bild 7.5.1 Prinzip des Stufentests.....	84
Bild 7.5.2 Stufentest auf Endkonturnähe	84
Bild 7.5.3 Lamellenstruktur nach vollständiger Trocknung (S4) und gesintert.....	85
Bild 7.5.4 Lamellenversuch und Test auf Verwölbung und unten Detail zu S1 ...	86
Bild 8.1.1 E-Modul ohne Haltezeit	89
Bild 8.1.2 Härte ohne Haltezeit.....	89
Bild 8.1.3 Silizium E-Modul und Härte mit Haltefunktion	90
Bild 8.1.4 Vergleich der berechneten kritischen Spantiefe für Silizium und Glas in Abhängigkeit von der Beanspruchungsgeschwindigkeit	94
Bild 8.2.1 Auswertung und der Darstellung des Ritztests für Silizium 1.000 μN ..	96
Bild 8.2.2 Darstellung der Ritzspur für 1.000 μN in Silizium und Glas	97

Bild 8.2.3 Darstellung der Ritzspur für 1.000 μN in S1 und S2–4	97
Bild 8.2.4 Vergleich des Überganges duktil zu spröd für 1.000 μN Ritzkraft	98
Bild 8.2.5 Anteil des duktilen und spröden Bruchbereichs in Silizium	99
Bild 8.2.6 Auseinanderdriften von duktil zu spröd mit zunehmender Ritzkraft ..	100
Bild 8.2.7 REM-Aufnahmen Ritzspur Pyrophyllit S1 für 1.000 μN Detailaufnahme des Überganges	100
Bild 8.2.8 a) REM-Aufnahmen Ritzspur Silikatglas für 1.000 μN , b) Detailaufnahme des Überganges (Zone)	101
Bild 8.2.9 a) REM-Aufnahmen Ritzspur Silizium für 1.000 μN mit b) Detailaufnahme des Überganges	101
Bild 8.3.1 Vergleich Indentkurven Keramik, Kristall und Metall	103
Bild 9.1 Eingliederung ungebrannter Keramiken in das Materialspektrum	106

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1.2.1 Technische Eigenschaften mikrotechnologischer Materialien	5
Tabelle 2.1.3.1 Sintereigenschaften verschiedener Materialien	8
Tabelle 2.1.4.1 Bestandteile in der Rohmasse(reduzieren Schwindung [SHA08])	9
Tabelle 2.2.2.1 Formgebung ungesinterter Keramiken [JAN08, EBE08, DHA02, VAN03, IMA06, BAU07]	17
Tabelle 2.3.1 Vergleich der Materialkosten	22
Tabelle 5.4.1 Parameter für die optische Rauheitsanalyse	38
Tabelle 6.4.1 Mechanische Eigenschaften des Pyrophyllits in drei markanten Zuständen	50
Tabelle 7.1.1 Zuordnung der zeitlich thermischen Behandlung.....	52
Tabelle 7.1.2 Erste Vorversuche, Parameterraum abstecken	53
Tabelle 7.1.3 Eingangsgrößen DoE Trennschleifen	54
Tabelle 7.1.4 S1 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen	57
Tabelle 7.1.5 Bester Parametersatz für S1	57
Tabelle 7.1.6 S2 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen	58
Tabelle 7.1.7 Bester Parametersatz für S2	58
Tabelle 7.1.8 S3 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen	59
Tabelle 7.1.9 Bester Parametersatz für S3	59
Tabelle 7.1.10 S4 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen	60
Tabelle 7.1.11 Bester Parametersatz für S4	60
Tabelle 7.2.1 Vergleich normierter Kräfte in N mit 5 µm großen Diamanten	65
Tabelle 7.2.2 Vergleich normierter Kräfte in N mit 9 µm großen Diamanten	65
Tabelle 7.2.3 Vergleich normierter Kräfte in N mit 30 µm großen Diamanten	66
Tabelle 7.2.4 Gemessene Normalkräfte in [N] beim Trennschleifen	67

Tabelle 7.2.5 Gemittelter Abstand und Gesamtanzahl der Schneiden für ein 100 µm dickes Trennschleifblatt mit voller Diamantkonzentration	68
Tabelle 7.2.6 Geometrische Faktoren für spezifische Trennschleifscheiben	69
Tabelle 7.2.7 Einzelkornspanungsdicke in nm	69
Tabelle 7.2.8 Analyse der aktiven Diamanten im Prozess	70
Tabelle 7.2.9 Analyse der Einzelkorn-Schleifkräfte bei unterschiedlichen Diamantgrößen	71
Tabelle 7.3.1 Auswahl der optimalen Trennschleifparameter	72
Tabelle 7.3.2: Vergleich der Wärmeleitung der beteiligten Materialien	76
Tabelle 7.5.1 Prozessvorschriften für ungesinterte Keramiken	87
Tabelle 8.1.1 Vergleich gemessener Werte (ohne Halten) mit Literaturwerten für Härte und E-Modul	91
Tabelle 8.1.2 Vergleich der Indentgeschwindigkeit und Umrechnung für Analyse	92
Tabelle 8.1.3 Gemessene und errechnete Materialwerte für Härte und E-Modul	92
Tabelle 8.1.4 Bruchzähigkeit und Oberflächenschädigungsfaktor [BIF91]	93
Tabelle 8.1.5 Umgerechnete Werte für Härte und E-Modul für die nachfolgende Bestimmung der kritischen Spantiefe	94
Tabelle 8.1.6 Vergleich der kritischen Spantiefe für Si in der Literatur	95
Tabelle 8.2.1 Parameter für die Ritzversuche	96
Tabelle 8.3.1 Eigenschaften der drei Trennmechanismen	104

Formelzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen werden in folgender Notation aufgelistet:

Kürzel	Bezeichnung	Einheit
R_a	Mittlere Rauheit	μm
v_f	Vorschubgeschwindigkeit	mm/s
n	Drehzahl	U/min
q	Durchfluss	l/min
a_e	Arbeitseingriff	μm
P_{gesamt}	Gesamtleistung	W
P_s	Spindelleistung	W
E-Modul/E	Elastizitätsmodul	GPa, MPa
Härte/H	Härte	GPa, HV, MPa
a_p	Schnittbreite	μm
HV	Härte Vickers, Umrechnung $\text{GPa} \cdot 0,094$	HV
s	Sekunden	s
R_z	Gemittelte Rautiefe	μm
v_c	Schnittgeschwindigkeit	m/s
Chipping cp	Kantenausbruch	μm
Öffnungswinkel α	Öffnungswinkel	$^\circ$
N_a	Im Eingriff befindliche Schneiden	
$N_{a,\text{max}}$	Gesamtschneidendichte	
h_{cu}	Einzelkornspanungsdicke	mm
d_{sk}	Schleifkorndurchmesser	μm
ζ	Überdeckungsfaktor	
D	Schleifscheibendurchmesser	mm
θ	Schneidenwinkel am Diamant	$^\circ$
V_w	Zerspantes Werkstückvolumen	mm^3
V_s	Verschlissenes Werkzeugvolumen	mm^3
G	Verschleißverhältnis	
K_{ic}	Bruchzähigkeit	$\text{N/mm}^{3/2}$

a	Risslänge	mm
π	Pi	
$h_{\text{cu,krit}}$	Kritische Spantiefe pro Einzelkorn	mm
σ	Materialfestigkeit/Anliegende mechan. Spannung	N/mm ²
γ	Geometriefaktor	
y	Oberflächenschädigungsfaktor	
v_I	Beanspruchungsgeschwindigkeit	$\mu\text{N/s}$
MEMS	Microelectromechanical systems	
Al_2O_3	Aluminiumoxid	
SiO_2	Siliziumdioxid	
C100	Werkstoffklasse nach DIN EN 60 672	
SiC/SSiC	Siliziumkarbid/gesintertes Siliziumkarbid	
SiN	Siliziumnitrid	
AlN	Aluminiumnitrid	
BN	Bornitrid	
MgO	Magnesiumoxid	
TiO_2	Titandioxid	
ZrO	Zirkonoxid	
LTCC	Low Temperature Cofired Ceramics	
DCP	Displacive Compensation of Porosity	
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	Auch Altic, Aluminiumoxid-Titancarbid Keramik	
NH-Sicherung	Schmelzsicherung, Niederspannungs-Hochleistungs-Sicherung	
HTCC	High Temperature Cofired Ceramics	
DLR	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt	
DoE	Design of Experiments	

E-Modul	Elastizitätsmodul
DISCO DAC 551	Anlagenbezeichnung des Herstellers
CCD	Charge-coupled Device
HV	Härte Vickers
VK9700	Anlagenbezeichnung Hersteller
R_z	Gemittelte Rautiefe
XRD	X-ray crystallography
CdZnTe	Cadmium zinc telluride
Si	Silizium
REM	Rasterelektronenmikroskop
CBn	Kubisches Bornitrid

1. Einleitung

Die mechanische Bearbeitung keramischer Werkstoffe im gebrannten Endzustand ist bis heute eine Herausforderung für die Fertigung. Einsatz finden diese Werkstoffe als Trägermaterial für Mikrosysteme und als passive Bauteile in Baugruppen für die Medizin- und Automobiltechnik. Die schwer zerspanbaren Werkstoffe sorgen für einen hohen Verschleiß der Bearbeitungswerkzeuge. Das bevorzugte Fertigungsverfahren zur Formgebung ist weiterhin das Schleifen. Dieses Verfahren ist jedoch im Vergleich zu anderen Fertigungsverfahren wie Fräsen oder Drehen in Formenvielfalt und Produktivität begrenzt.

Eine Strategie, den Verschleiß bei der Bearbeitung keramischer Werkstoffe zu verringern, besteht in der Formgebung im grünen oder weißen Zustand des Werkstoffes. In diesem Zustand ist die Härte des Werkstoffes deutlich reduziert. Dies ermöglicht den Einsatz von unterschiedlichen Bearbeitungsverfahren wie Fräsen oder Drehen, geringeren Werkzeugverschleiß und damit höherer Produktivität. Der grüne oder weiße Zustand der Keramik bietet jedoch einen entscheidenden Nachteil. Um die mechanische Endfestigkeit des Werkstoffes zu erhalten, braucht es einen Brennvorgang zum Sintern des Bauteils. Dieser Prozess ist mit einer nicht unerheblichen Formänderung von bis zu 20 % zur vorher gefertigten Struktur verbunden. Dieser Umstand hat zur Folge, dass Formen und deren Geometrie nicht erhalten bleiben.

In der Mikroproduktion werden hingegen komplexe Formen und hohe Präzision im μm Bereich keramischer Bauteile gefordert. Konventionell wird in der Mikroproduktion die hohe Präzision von Strukturen in Keramik durch das sogenannte Trennschleifen erzielt. Dieses Verfahren wird, wie üblich, im fertig gebrannten Zustand der schwer zerspanbaren Keramik angewendet.

In dieser Arbeit werden keramische Werkstoffe aus der Gruppe der Silikate untersucht. Diese zählen zu den glasartigen keramischen Werkstoffen, aufgrund ihres hohen Glasanteiles. Die Materialeigenschaften der Keramiken lassen sich je nach Zusammensetzung vielfältig einstellen. Kommerziell erhältlich sind keramische Werkstoffe mit Wärmeleitungskoeffizienten wie Aluminium, elektrischen Isolationseigenschaften von Gläsern, hoher chemischer und mechanischer Stabilität und teilweise duktilem Verhalten wie von Metallen. Diese Gruppe der keramischen Werkstoffe ermöglicht so eine sehr gute, anwendungsorientierte Auswahl.

Die Antworten auf die Herausforderungen in Bezug auf hohen Werkzeugverschleiß und endkonturnahe Strukturierung sollen eine Bearbeitung im ungesinterten Zustand der Keramik Pyrophyllit liefern. Hierbei sind verschiedenste Randbedingungen und Hürden zu beachten: die geringe Stabilität der ungesinterten Werkstoffe, die thermisch erzeugte Eigenspannungen durch das Sintern, die Schwindung durch Wasser- und Binderverlust, um nur einige zu

nennen. Das Ziel soll es sein, einen Teil der Prozessfolge zur Strukturierung keramischer Werkstoffe für die Mikroproduktion zu etablieren. Eine hohe endkonturnahe, hochpräzise, produktive Verarbeitung technischer Porzellane mit geringer Formänderung wie Pyrophyllit (bis zu 2 %) soll hier im Vordergrund stehen. Sie soll eine Basis für die Bewältigung zukünftiger Herausforderungen sein. Hierzu wird im ersten Schritt das Verhalten der Keramik während des Brennvorganges untersucht. Somit sollen geeignete Zeitpunkte für die mechanische Präzisionsbearbeitung gewählt und das Formänderungsverhalten der Keramik bei kleinen Geometrien erfasst werden. Darauf aufbauend wird eine Präzisionsbearbeitung mit ausgewählten Strukturen und Formen durchgeführt, die eine Aussage bezüglich der Qualität der gewählten Bearbeitungszeitpunkte zulässt. Begleitet werden diese Versuche durch die Materialcharakterisierung mittels Nanoindentation, die zum Verständnis der mechanischen Bearbeitbarkeit ungebrannter Keramiken und der erzielbaren Präzision beiträgt. Am Ende soll eine Einordnung hinsichtlich der Möglichkeiten zur Präzisionsbearbeitung ungebrannter Keramiken für die Mikroproduktion möglich sein.

2. Stand der Forschung

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die verschiedenen keramischen Werkstoffe und deren Bearbeitung. Weiterhin wird der Stand der Technik zu deren Verwendung in mikrotechnologischen Baugruppen beleuchtet. Abgeschlossen wird das Kapitel mit aktuellen Anwendungen von keramischen Werkstoffen und ausgewählten Komponenten.

2.1. Keramische Werkstoffe in der Mikrotechnologie

2.1.1. Einteilung keramischer Werkstoffe

Die Vielzahl der heute eingesetzten Werkstoffe erfordert eine Eingruppierung und Differenzierung, um deren Einsatzgrenzen sicher zu definieren. Zunächst können Werkstoffe in organische (Polymere) und anorganische Werkstoffe (metallisch und nichtmetallisch) eingeteilt werden. Zu den nichtmetallischen Werkstoffen zählen unter anderem Keramiken und Gläser. Diese beiden Unterarten haben spezifische Eigenschaften und daraus resultieren unterschiedliche Anwendungen. Sie zeichnen sich durch mittlere bis hohe Härte aus, können elektrisch leitend oder isolierend sein. Sie besitzen eine geringe Dichte, die eine Gewichtsreduzierung der Bauteile erlaubt. Diese Werkstoffe können thermische Leitfähigkeiten von Aluminium erreichen, bei thermischer Stabilität weit über 1.500 °C hinaus [KOL09].

Diese Arbeit wird sich mit den technisch genutzten Keramiken auseinandersetzen. Heutige Einsatzbereiche von nichtmetallischen anorganischen Werkstoffen finden sich sowohl im Haushalt als auch beim Brandschutz und in der technischen Anwendung [KOL09, RUE14]. Hier finden sich hochspezifische Anwendungsfelder für Werkstoffe wie Aluminiumoxid, Siliziumkarbid, Siliziumnitrid und technische Porzellane. Alle genannten Werkstoffe besitzen eine hohe thermische, mechanische und chemische Stabilität aufgrund ihrer ionischen Bindungen [SHA08, HEL01]. Sie sind entweder natürlichen Ursprunges oder werden synthetisch hergestellt [KOL09]. Eine übergeordnete Klassifizierung der Keramiken lässt sich anhand der auftretenden Verbindungen vornehmen. Es werden silikatische, oxidische, nichtoxidische und glasartige Keramiken unterschieden. In dieser Arbeit stehen die silikatischen Keramiken, auch Porzellane genannt, im Fokus. Sie sind geschichtlich gesehen die ältesten genutzten Keramiken, da diese als Mineralien vorliegen und keiner Synthese bedürfen [LEN14]. Diese Minerale sind ein Gemisch aus einer Vielzahl von oxidischen Verbindungen, wobei die Verbindungen Siliziumdioxid (SiO_2) und Aluminiumoxid (Al_2O_3) dominieren. Die Gruppe der technischen Porzellane wird nach ihren Hauptbestandteilen eingeteilt, die aus Korund, Mullit und Quarz bestehen [KOL09].

Die silikatischen Werkstoffe werden in Insel-, Gruppen-, Ketten-, Bänder-, Blätter- und Gerüstsilikate eingeteilt [RUE14]. Sie haben unterschiedlichste Eigenschaften und können aus Verbindungen von SiO_2 und Al_2O_3 bestehen, die zusammen mit Eisen, Kalium, Magnesium und sonstigen Anteilen vorliegen können [RUE14]. Im Rohzustand ist zudem ein hoher Wasseranteil im Kristallgitter gebunden, das sogenannte Zwischenschichtwasser [SHA08]. Bei der Herstellung von Porzellanen werden vornehmlich Quarz, Feldspat und Kaolin verwendet [WIR06]. Der im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Rohstoff ist das Mineral Pyrophyllit aus der Gruppe der Silikatkeramiken. Das hier untersuchte Mineral Pyrophyllit ist ein Schichtsilikat, das auf jedem Kontinent zu finden ist. Je nach Fördergegend hat es eine etwas andere Zusammensetzung. Es besteht zu 99 % aus den Stoffen SiO_2 , Al_2O_3 und Wasser. Sonstige Bestandteile sind Eisenoxid, Titandioxid, Kalium, Kalzium oder Magnesium [CHA05, AMR06, SCH12, BUR07, CHA92].

Das hier verwendete Material gehört zur Kategorie der C100-Werkstoffe. Dieses besitzt einen hohen Glasphasenanteil von mehr als 70 Gewichtsprozenten. Die restlichen Bestandteile sind vor allem Al_2O_3 und sonstige Mineralbestandteile. Das benutzte Mineral Pyrophyllit wird im folgenden Kapitel „Eigenschaften technischer Porzellane“ näher betrachtet [KAG14]. Das folgende Bild 2.1.1.1 zeigt die Einordnung der technischen Porzellane in die Werkstoffklassifizierung [KOL09, KER04]. Die technischen Porzellane sind eine Untergruppe der Silikatkeramiken.

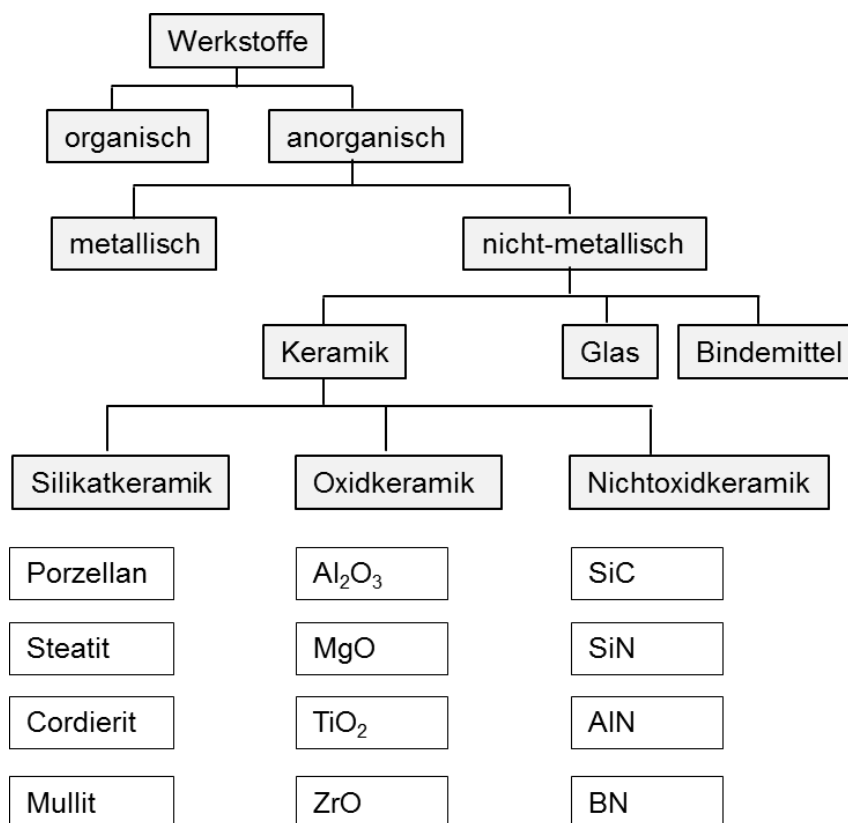


Bild 2.1.1.1 Einteilung der genutzten Materialien (nach [KOL09])

Die zugrundeliegenden Unterschiede der drei Gruppen von Silikat-, Oxid- und Nichtoxidkeramiken werden im folgenden Abschnitt näher erläutert.

2.1.2. Eigenschaften technischer Keramiken

Tabelle 2.1.2.1 zeigt einen Vergleich ausgewählter Eigenschaften von keramischen oder kristallinen Werkstoffen. Hervorzuheben sind die geringe Dichte, die hohe Einsatztemperatur und der hohe elektrische Widerstand. Des Weiteren unterliegen die physikalischen Eigenschaften einer breiteren Streuung. Diese variieren aufgrund der Herstellungsverfahren der jeweiligen Untergruppen und deren Zusammensetzung. Genau genommen zählen Glas und Silizium nicht zu den keramischen Werkstoffen, da Glas amorpher Struktur und Silizium hier als einkristalliner Werkstoff beschrieben ist.

Tabelle 2.1.2.1 Technische Eigenschaften mikrotechnologischer Materialien

Eigenschaft	SiC	Al ₂ O ₃	Silizium (kristallin)	Techn. Porzellan	Glas
Dichte [g/cm ³]	2,7 - 3,3	3,2 - 4,0	2,33	2,2 - 2,6	2,5 - 3,8
E-Modul [GPa]	150 - 600	220 - 380	130 - 180	60 - 100	60 - 90
Härte [GPa]	14 - 26	12 - 23	9 - 11	*	2 - 11
Wärmeleit- fähigkeit [W/mK]	14 - 160	10 - 30	150	1 - 2,5	0,16 - 0,3
Einsatztem- peratur [°C]	1.200 - 1.750	1.200 - 1.400	1.000	*	300 - 1.000
Elektr. Widerstand (20°C) [Ωm]	10 ¹ - 10 ⁴	10 ¹² - 10 ¹⁵	**	10 ¹¹	10 ¹¹ - 10 ¹⁷
Elektr. Widerstand (600°C) [Ωm]	5 - 10 ¹	10 ⁶	**	*	10 ² - 10 ⁶

* Werte in Literatur ungenau, ** Halbleiter [TEL07, ESP36]

Aufgrund der späteren Versuche und Vergleiche in dieser Arbeit und der breiten Anwendung in der Mikroproduktion beider Materialien werden deren Eigenschaften ebenfalls aufgeführt. Einige Werte, vor allem für technische Porzellane, werden in der Literatur nicht angegeben, da z. B. die Härtemessung

für sehr spröde Materialien anspruchsvolle Anlagentechnik erfordert. Die bekanntesten technischen Porzellane sind hochspannungsgeeignete Isolatoren. Diese werden seit vielen Jahren erfolgreich eingesetzt. Sie besitzen eine sehr geringe Wärmeleitung ($< 3 \frac{W}{m \cdot K}$), zum Teil eine hohe Temperaturwechselfestigkeit, eine hohe chemische Widerstandsfähigkeit und hervorragende Leichtbaueigenschaften (geringe Dichte). Aufgrund des hohen Glasanteils besitzen bestimmte silikatische Keramiken eine hohe Rissanfälligkeit, die durch mechanische und thermische Belastungen auftreten kann [KOL09]. Aufgrund der Rohmischung des Pyrophyllits mit Al_2O_3 treten beim Erhitzen, Sintern und bei späterer Verwendung spezielle Eigenschaften auf. Der Al_2O_3 -Anteil in der Keramik sorgt für einen eingebauten Rissstopp [AMR92]. Bei der thermischen Behandlung wird ein Mullitkristall erzeugt, das eine Mischung aus SiO_2 und Al_2O_3 darstellt. Dieser wirkt aufgrund seiner nadelförmigen Ausprägung als Faserverstärkung in der Glasphase. Die meisten angegebenen Eigenschaften der Porzellane beziehen sich auf den gesinterten Zustand. Der Zustand der Keramik im ungebrannten, also im Grün- oder im Weiß-Zustand, ist schwieriger zu quantifizieren. Die Eigenschaften in diesen Zuständen variieren stark und die geringe Härte und Stabilität verhindern eine gezielte Strukturierung. Der ungebrannte Zustand bietet jedoch die Möglichkeit, für Keramiken sehr hohe Zeitspannvolumina mit geringem Verschleiß der Werkzeuge zu verbinden [JAN08]. Grüne und weiße Keramik verbinden eine sehr geringe mechanische Stabilität, geringe Härte, hohe Sprödigkeit und zum Teil Wasserlöslichkeit der Bindermaterialien.

Aufgrund der inerten chemischen Verbindungen sind diese Werkstoffe nach dem Sintern sehr interessant für medizinische Anwendungen und aufgrund ihrer geringen Dichte ebenso bedeutend für die Anwendung in der Automobiltechnik (Katalysator, Motor, Abgasstrang) [JAN92, ROS06, KOL09].

2.1.3. Sintern von keramischen Werkstoffen

Im Allgemeinen ist das Sintern ein mehrstufiger Prozess, bei dem alle Eigenschaften des ungebrannten Körpers verändert werden. Hierbei treten Effekte wie Dichte-änderungen, Zunahme der Härte, Eigenspannungen und Änderungen optischer Eigenschaften auf [KOL09]. Dieser Prozess wird durch hohe Temperaturen in Gang gesetzt und bedarf einer sorgfältigen Materialvorbereitung. In Bild 2.1.3.1 ist der zeitliche Ablauf dargestellt. Der Ausgangsrohstoff wird je nach gewünschter Reinheit und Art direkt in Lagerstätten abgebaut (Silikate) oder muss erst technisch aufbereitet werden (Siliziumkarbid oder Aluminiumoxid) [HEL01].

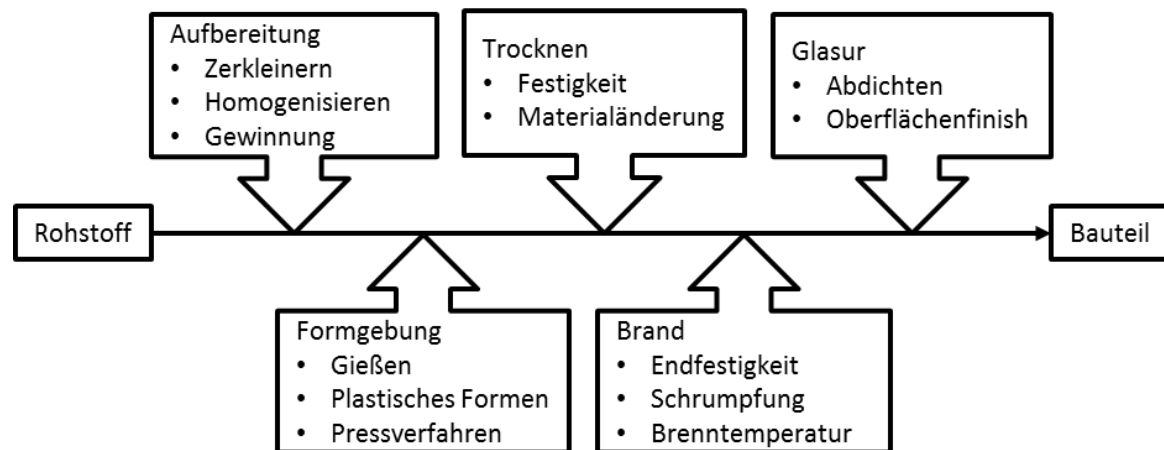


Bild 2.1.3.1 Prozessablauf des Sinterns nach Telle [TEL07]

Die Gewinnung des Rohstoffes für keramische Materialien hängt sehr stark von der geforderten Reinheit und der späteren Anwendung ab. Je näher die gefertigte Struktur der Endkontur gleicht, desto stärker kann die Nacharbeit reduziert werden und somit die einhergehenden Kosten [ROS06]. Nach der Gewinnung und der Aufbereitung der Rohmasse wird dem Rohstoff eine verarbeitungsgerechte Form (Lagerware, Pulver, Granulat etc.) gegeben. Diese Formgebung kann durch Gießen, plastisches Formen und Pressverfahren erreicht werden [ITK01].

Diese Vorstufe des Halbzeugs weist die gewünschte Form zum Trocknen und Brennen auf oder dient als Ausgangspunkt für die weitere Bearbeitung. Sollte weitere Bearbeitung nötig sein, kann diese zwischen den Schritten Formgebung, Trocknen, vor dem Brand und nach dem Brand durchgeführt werden. Der Trocknungsprozess dient zum Austreiben der aus dem Gießverfahren stammenden Flüssigkeit, da hierbei oftmals Wasser zur Viskositätsreduktion und als Gleitwerkstoff der Rohmasse zugefügt ist. Je nach Rohmaterial ist hier absorbiertes und/oder Zwischenschicht-wasser vorhanden [ITK01, SHA08].

Im Prozessschritt der Trocknung wird das absorbierte Wasser ab 100 °C ausgetrieben und das Zwischenschichtwasser beginnt ab Temperaturen oberhalb von 500 °C zu verdampfen [SHA08]. Dieses ist zwischen den einzelnen Silikatschichten gebunden und tritt daher erst bei höheren Temperaturen aus dem Mineral aus. Hierbei treten zunehmend Veränderungen in der Geometrie und Eigenspannungen aufgrund des Wasserverlustes sowie eine Reduzierung der Festigkeit auf. Der Schritt des Brennens führt zu einer deutlichen Steigerung der Festigkeit und zur Erreichung der finalen Formgebung durch Schwindungen und Ausbrennen des Binders (organisch) [TEL07]. Die Brenntemperaturen reichen von 900 °C für LTCC (Low Temperature Cofired Ceramic) bis 2.100 °C für Siliziumkarbid (Tabelle 2.1.3.1).

Tabelle 2.1.3.1 Sintereigenschaften verschiedener Materialien

Material	SiC	Al ₂ O ₃	Technisches Porzellan	LTCC
Sintertemperatur in °C	>2.000 Inertgas ^[1]	1.600 - 1.800 ^[3]	950 - 1.500 ^[5]	900 ^[6]
Schwindung in %	13 - 16 ^[2]	10 - 20 ^[4]	0,5 - 10 ^[5]	12 - 25 ^[6]

¹ [KER04], ² [PAD94], ³ [KOL09], ⁴ [OZE06], ⁵ [BRA04], ⁶ [HAG05]

Um ein vorzeitiges Materialversagen oder ungewollte/-s Rissbildung/-wachstum im Werkstoff zu vermeiden, werden definierte Aufheizzeiten und Haltezeiten beim Durchlaufen der Temperaturkurven vorgeschrieben, die stark vom zu sinternden Materialvolumen abhängen (Bild 2.1.3.2).

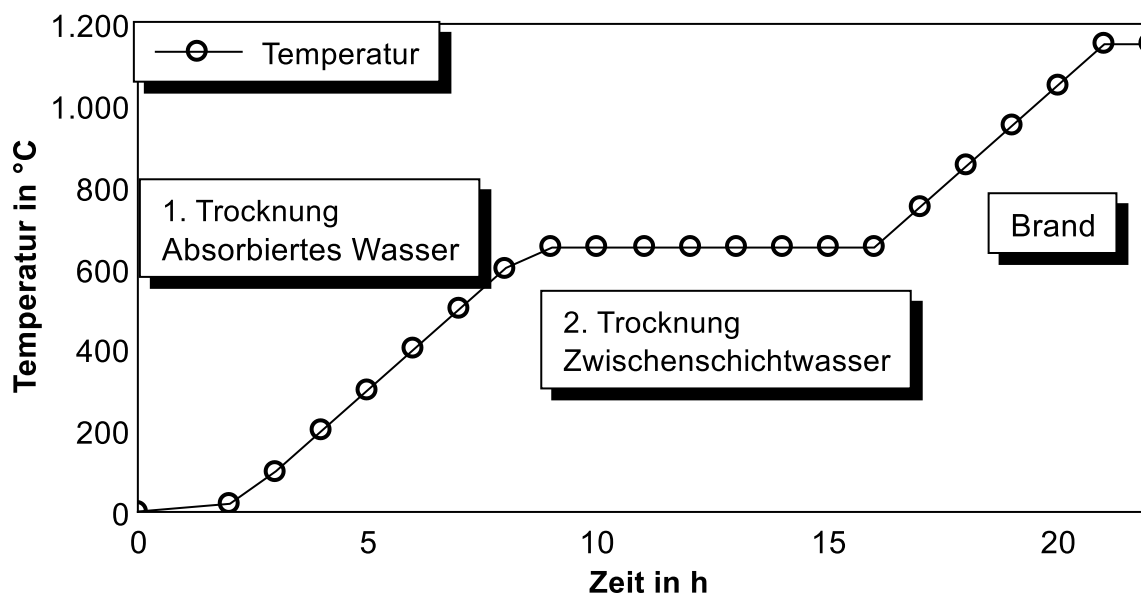


Bild 2.1.3.2 Grundlegender Ablauf des Sinterns [KAG14]

Die Haltephasen sorgen für ein gleichmäßiges Aufwärmen des Werkstoffes, da sonst Hitzерisse und Materialschädigungen auftreten. Je komplexer die Form der Keramik, desto genauer müssen diese Zeitintervalle bestimmt werden, da sonst der thermische Verzug zu groß ist. Zum Teil werden konstruktive Anpassungen nötig, um ungewollte Risse oder Spannungsüberhöhungen an Kanten und Ecken zu vermeiden [TEL07].

Einige Sonderprozesse des Sinterns sind in den letzten Jahren entwickelt worden, darunter das Mikrowellensintern und das Lasersintern. Beide Verfahren ermöglichen ein selektives lokales Sintern. Hierbei sind jedoch thermischer Verzug und die geringe Wärmeleitung vieler Keramiken zu beachten [JAN92], jedoch wurde beobachtet, dass die Sintertemperatur um bis zu 10 % gesenkt werden kann.

2.1.4. Sintern von Pyrophyllit

Das Sintern des Werkstoffes Pyrophyllit verläuft vergleichbar mit bekannten Prozessen für andere keramische Werkstoffe. Aufgrund der Eingruppierung zu den silikatischen Materialien finden jedoch für diese Gruppe spezifische Vorgänge statt. Charakteristisch für dieses Material ist ein Mischsintern. Hierbei entsteht aufgrund des Glasanteils eine flüssige Phase, welche die feste Phase des Aluminiumoxids einschließt [CHA05]. Der Grund dafür ist, dass Pyrophyllit ein natürliches Mineral ist [MIN01]. Es besitzt eine schichtartige Struktur, die viel Wasser bindet (Zwischenschichtwasser). Es gibt diverse Verfahren, diese Keramik zu sintern. Je nach Anlagentechnik und Zusätzen im Pulver können Schwindung, Dichte, mechanische und magnetische Eigenschaften eingestellt werden [BUR07]. Im ersten Schritt wird die Keramik getrocknet, da sie bis zu 6 % Wasser in Zwischenschichten enthält [MIN01]. Danach findet der eigentliche Sinterprozess statt. Hierbei sind am Ende des Verfahrens die Dichte, die Wasseraufnahmefähigkeit und die mechanische Stabilität entscheidend. Im einfachsten Verfahren unter Normalatmosphäre ist die Keramik nach dem Sintern nicht hermetisch dicht [KAG14]. Es gibt jedoch Verfahrensvarianten, die ein dichtes Sintern ermöglichen. Eine Variante ist das Sintern unter Schutzatmosphäre. Hierbei wird Helium genutzt, um die Oberflächenspannungen in den Poren zu reduzieren und so ein verdichtetes Sintern zu ermöglichen [VIN58]. Eine andere Variante wäre das Sintern unter Unterdruck, dies führt ebenfalls zu einer Reduzierung der Poren [FAN07]. Eine dritte Variante ist das Sintern unter erhöhter Temperatur. Dies führt jedoch zu einer deutlichen Schwindung des Materials [MUK10]. Das anfangs erwähnte Sinterverfahren unter Normalatmosphäre hat einen entscheidenden Vorteil: Das Pyrophyllit schwindet im Gegensatz zu den meisten anderen Keramiken nicht, sondern wird um 1 – 2 % größer (lineare einachsige Vergrößerung). Die Einflüsse, die für eine deutliche Reduzierung der Schwindung für dieses Material verantwortlich sind, werden in folgender Tabelle 2.1.4.1 zusammengefasst.

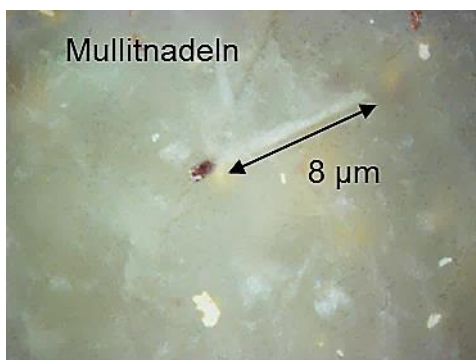
Tabelle 2.1.4.1 Bestandteile in der Rohmasse(reduzieren Schwindung [SHA08])

Bestandteil	Auswirkung
Quarz	Reversible Kristallumwandlung bei 573 °C, sog. Quarzsprung
Zwischenschichtwasser	Verdampfen vergrößert Poren, durch Fehlen in Zwischenschicht → Abstand der Schichten wird größer
Restliches Wasser (z.B. in Poren, Kristall etc.)	Dampfdruck im Inneren sorgt für Verminderung der Schwindung

Erreicht wird das durch die richtige Zusammensetzung z. B. durch Steuerung des Quarzanteils oder der Zusammensetzung der Rohmasse. Dies hat zur Folge, dass thermische Spannungen durch Schwinden reduziert werden und Strukturen und Formen der Keramik besser erhalten bleiben [SHA08]. Ein einfacher Weg, die Durchlässigkeit dieser Keramik zu reduzieren, ist das Glasieren. Hierbei wird eine Glasur auf Glasbasis aufgebracht und gebrannt. Diese führt zu einer geschlossenen Oberfläche und einer dichten Porzellankeramik. Da dieses Verfahren bei ca. 1.000 °C durchgeführt werden kann, ist es günstiger als ein Prozess mit Schutzgas oder Pressen während des Abkühlens mit der dazugehörigen deutlichen Schwindung [Zitat Herr Waldmann, technischer Berater Kager Industrieprodukte GmbH]. Hierzu können glasbasierte Glasuren genutzt werden, die durch einfache Aufschleuder- und Pinselprozesse aufgebracht, bei 1.080 °C gebrannt und anschließend nachbearbeitet werden können.

Pyrophyllit findet aufgrund seiner Thermoschockbeständigkeit Einsatz als Verkleidungswerkstoff in Hochtemperaturöfen und als Dichtungsmaterial in Hochdruckanwendungen zur Diamantsynthese. Das Material besitzt eine sehr gute Wärmeisolationseigenschaft und eine hohe Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen [MUK10, BEN02]. Aufgrund der Mullitbildung (Bild 2.1.4.1) beim Sintern können hochfeste Bauteile hergestellt werden [SCH08a]. Ein mullitfreies Sintern ist auch möglich [AMR92, CAR98]. Hierzu werden dem Pulver Magnesium-, Kalium- oder Lithiumsalze zugeführt. Mullit bildet sich beim Sintern und hat eine orthorhombische Kristallstruktur aus drei Teilen Aluminiumoxid und zwei Teilen Siliziumdioxid.

a) Mullitnadel in Glasmatrix



b) Mullitnadeln in Bruchfläche

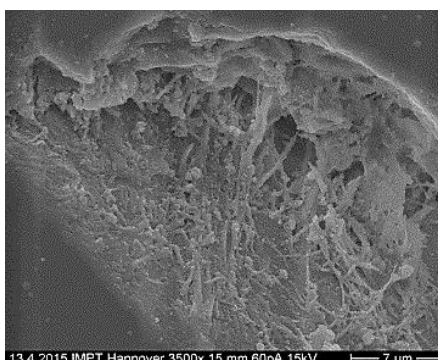


Bild 2.1.4.1 Mullit in einer a) Lichtmikroskop- und b) REM-Aufnahme

2.2. Bearbeitung keramischer Werkstoffe

Die Anforderungen für eine effektive und effiziente Produktion sind eine hohe Bearbeitungsgeschwindigkeit, geringer Werkzeugverschleiß, einfache Verarbeitung und ein maximaler Abtrag. Einige Fertigungsverfahren werden in den folgenden Abschnitten näher beschrieben.

2.2.1. Mechanische Verarbeitung von Werkstoffen in der Mikrotechnologie

Zur mechanischen Formgebung keramischer Werkstoffe ist die Auswahl der einsetzbaren Fertigungsverfahren aufgrund der hohen Härte, Sprödigkeit und Rissanfälligkeit der keramischen Werkstoffe begrenzt [DIE13]. Konventionelle Verfahren wie Drehen, Fräsen oder Bohren mit metallenen Werkzeugen sind für diese Werkstoffe ungeeignet. Sie führen zu erheblichem Verschleiß der Werkzeuge und der Maschinenkomponenten [FRI04]. Zur Formgebung sind vornehmlich hochharte Werkstoffe wie Diamant, kubisches Bornitrid oder keramische Beschichtungen in Verwendung. Da die zu bearbeitenden technischen Keramiken aus Siliziumkarbid, Aluminiumoxid, Glas und weiteren hochfesten Werkstoffen bestehen, scheiden traditionelle Schleifstoffe wie Korund und Karborund aus [DEN11].

Aufgrund der hohen Kosten für Diamanten und kubisches Bornitrid lassen sich großvolumigen Werkzeuge nur unwirtschaftlich fertigen. Zur Bearbeitung von keramischen Werkstoffen werden Schleifverfahren eingesetzt, da hier im Gegensatz zu konventionellen Fertigungsverfahren kleine Werkzeugschneiden im Eingriff sind und so die Kosten für Werkzeuge überschaubar bleiben und die eingebrachten Zugspannungen ein besseres Trennen ergeben (Zugfestigkeit um Faktor 10 geringer bei keramischen Werkstoffen) [DEN11]. Diese Verfahren ermöglichen eine hochpräzise Gestaltung von Geometrien in Keramiken, sind jedoch in ihrer Produktivität begrenzt [SPU89, DIE13, FRI04]. Ansätze, die Materialeigenschaften wie Härte und E-Modul für die Mikrobearbeitung in nichtplanarer Bearbeitung anzunähern, sind Ziel einiger Forschungsarbeiten für duktile Werkstoffe [DEN08, DEN10].

Die möglichen Zeitspanvolumina beim Schleifen von keramischen Werkstoffen liegen bei $<< 2 \frac{\text{mm}^3}{\text{mm} \cdot \text{s}}$ [DEN11]. Schleifende Verfahren haben aufgrund der kleinen Schneiden den Vorteil, dass die geringe Spandicke [FRI04] zu verbesserten Oberflächen führt.

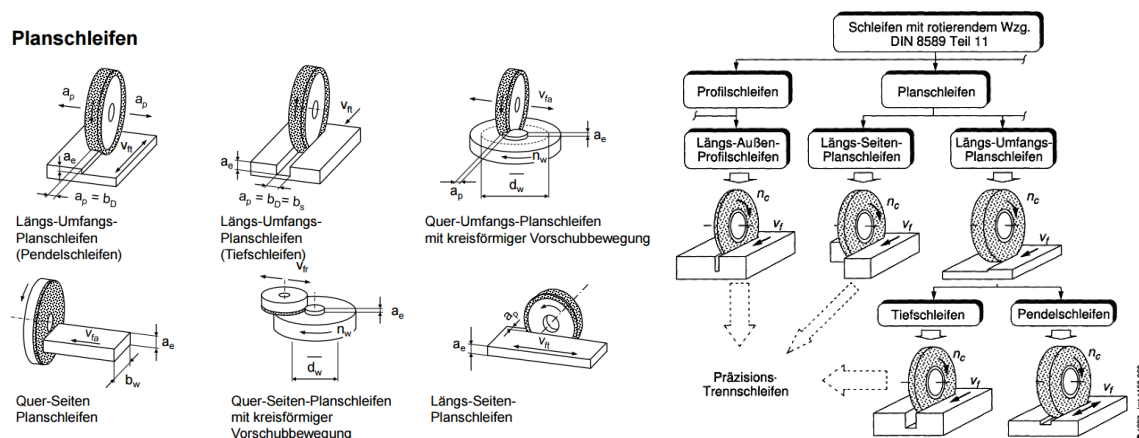


Bild 2.2.1.1 Einteilung laut DIN 8589 [UHL13, DIN8589 Teil 11]

Für die keramische Bearbeitung werden zwei verschiedene Arten des Schleifens eingesetzt: das Planschleifen und das Rundschleifen [DIN8589, Bild 2.2.1.1]. Das Planschleifen dient zum Planarisieren von Oberflächen. Es wird in der Halbleiterindustrie eingesetzt, um Trägermaterialien, sogenannte Substrate, herzustellen. Hierbei ist eine plane, glatte Oberfläche von entscheidender Bedeutung. Es müssen eine hohe Planparallelität, Ebenheit und geringe Rauheit sichergestellt sein [ARD01]. Hierbei liegt die mittlere Rauheit R_a deutlich unter $0,5 \mu\text{m}$. Für dünnfilmtechnische Prozesse liegt die mittlere Rauheit bei $< 0,1 \mu\text{m}$. Diese Anforderungen ergeben sich als Voraussetzung für die nachfolgenden Beschichtungsprozesse [BAC05a]. Um solchen Ansprüchen gerecht zu werden, wird der Prozess des Planschleifens unterteilt in die zwei Teilprozesse Läppen und Polierläppen. Das Läppen sorgt für ein ebenes, planparalleles Substrat und das Polieren für die finale geringe Rauheit [DEN10].

Das sogenannte Trennschleifen ist ein Tiefschleifverfahren, das durch eine hohe Schnitttiefe bei geringer Schnittbreite charakterisiert ist [TSC02]. Das Trennschleifen ist ein Präzisions-Schleifverfahren, das hauptsächlich zum Trennen bzw. Vereinzeln von Mikrostrukturen dient. Durch ein sehr dünnes Trennschleifblatt ($< 300 \mu\text{m}$) kombiniert mit hoher Drehzahl werden kleinste Schnittspuren erzeugt (Bild 2.2.1.2). Dieses Verfahren zählt zum Tiefschleifen, dem Längs-Umfangs-Planschleifen [DIN8589 Teil 11]. Das Verfahren eignet sich hervorragend für die Mikrobearbeitung von sprödharten Werkstoffen wie Keramiken. Weiterhin wird das Präzisionstrennschleifen verwendet, um präzise und formtreue Strukturen mit hohem Aspektverhältnis (Höhe zu Breite) zu erzeugen.

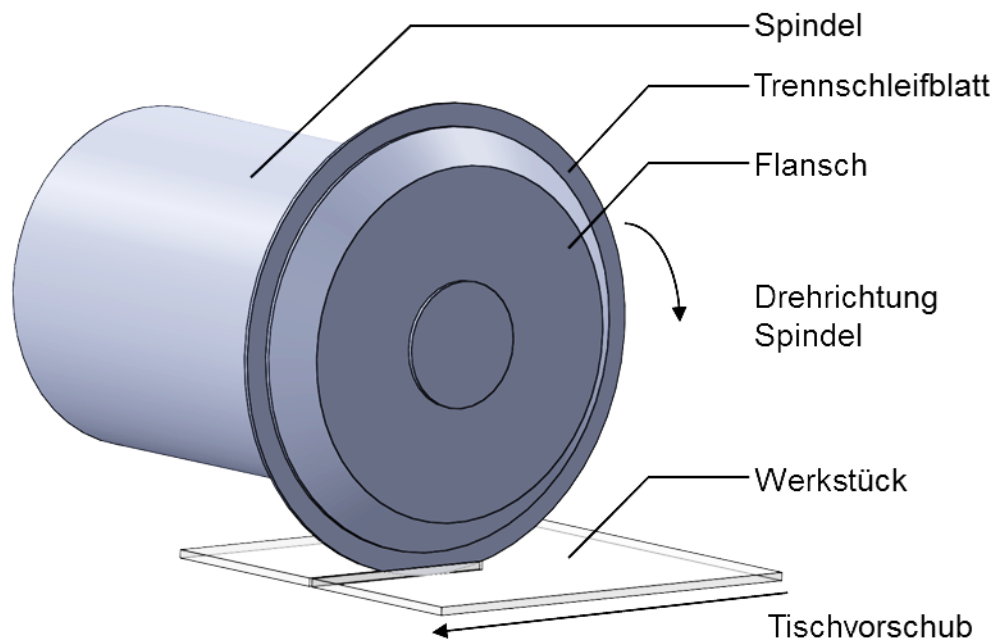


Bild 2.2.1.2 Prinzip des Trennschleifprozesses

Die ringförmigen Trennschleifblätter bestehen zumeist aus einer Bindung aus Kunststoff, Keramik oder Metall und eingelagerten künstlich hergestellte Diamanten unterschiedlichster Korngröße. Außer standardmäßigen rechteckigen Blattprofilen werden für spezielle Anwendungen auch V-Profile mit einem Winkel von 45° , 60° oder 90° eingesetzt. Diese Blattprofile werden nicht nur für das Vereinzeln, sondern auch für das Profilieren von Keramikteilen eingesetzt [PHI11]. Das Trennschleifen ist ein Prozess mit hohen Werkzeugdrehzahlen (20.000 - 80.000 U/min), relativ niedrigem Vorschub (0,1 - 10 mm/s) und extrem dünnen Trennschleifblättern (20 - 300 μm), was zu relativ geringen Spankräften führt. Daher hat sich der Einsatz von luftgelagerten Spindeln als Standard für Trennschleifmaschinen etabliert. Im Bereich des Präzisions-Trennschleifens werden hauptsächlich Schleifscheiben (-blätter) mit Kunstharz (Resin) und Metall-Bindung (Nickel, Bronze) verwendet. Die Ersteren haben den Vorteil des Selbstschärfe-Effektes, sind jedoch spröder und verlieren sehr schnell das Querschnittsprofil. Der Selbstschärfe-Effekt tritt nur bei Resin gebundenen Schleifscheiben auf. Mit zunehmendem Verschleiß der Abrasivkörner (meist Diamanten) reißt durch die Bearbeitungskräfte der verschlissene Diamant heraus. Die Bindung wird durch den Schleifprozess weiter zurückgesetzt und neue, scharfe Diamanten nehmen nun am Schleifprozess teil. Dies führt zur Abweichung der Schnittbreite sowie zur Neigung der Seitenwand zur Oberseite. Die metallgebundenen Blätter zeichnen sich durch längere Standzeiten, bessere Wärmeleitung und niedrigen Querschnittverschleiß aus, erfordern jedoch regelmäßiges Abrichten, da sie keinen Selbstschärfe-Effekt aufweisen. Weiterhin neigt diese Bindungsart (insbesondere Nickelbindung) zu einem hohen Verschleiß der Abrichtwerkzeuge und zu einer erhöhten Prozesszeit für das Konditionieren [ADT15a, CAR13].

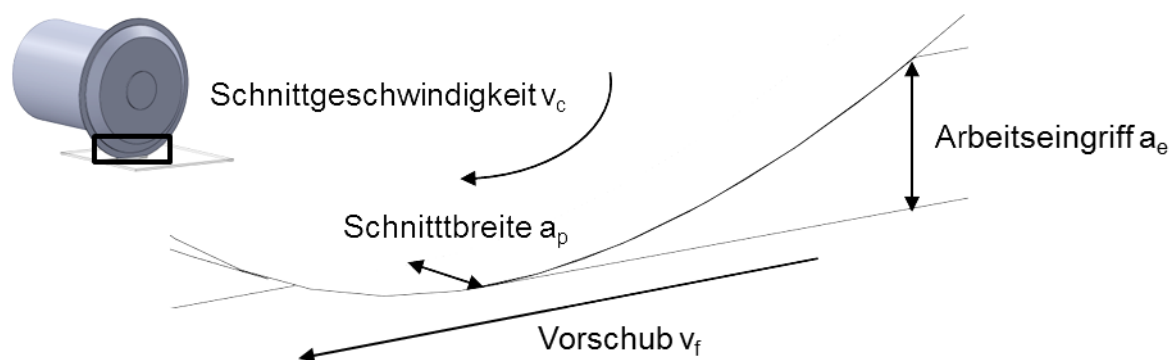


Bild 2.2.1.3 Eingriffsverhältnisse beim Trennschleifen (nach [DEN11])

In Bild 2.2.1.3 sind die Eingriffsverhältnisse beim Trennschleifen dargestellt. Hier sind die Schnittbreite, der Vorschub, die Schnittgeschwindigkeit und die Schnitttiefe für die späteren Untersuchungen von Interesse. Weitergehend werden die einzelnen Zustände beim Schleifen für ein Schleifkorn dargestellt.

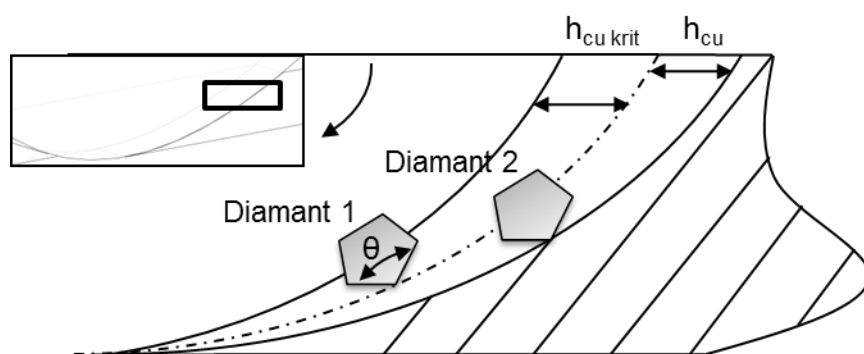


Bild 2.2.1.4 Zusammenhang der Spannungsdicken der Diamanten (nach [DEN11])

Das Bild 2.2.1.4 zeigt den Zusammenhang zwischen der kritischen Einzelkornspannungsdicke $h_{cu,krit}$ und der Einzelkornspannungsdicke h_{cu} . Die kritische Einzelkornspannungsdicke ist das Maß, ab dem zwischen einer duktilen oder spröden Bearbeitung unterschieden werden kann. Die Einzelkornspannungsdicke hingegen ist die sich aufgrund der Fertigungsparameter wie Vorschub, Diamantgröße, Diamantüberstand, Schnittgeschwindigkeit, Schleifscheibendurchmesser etc. ergebende reale Spantiefe. Diese ist für duktile Bearbeitung mit $h_{cu,krit}$ gleichzusetzen. Der Scheidenwinkel θ wird bei Schleifscheiben in der Regel mit 150° angenommen (nach [DEN11]).

Das Trennen wird zumeist in der Halbleiterindustrie angewendet, um die gefertigten Strukturen auf den Substraten zu vereinzeln und für spätere Prozesse und Anwendungen nutzbar zu machen. Das Profilieren bietet die Möglichkeit, den Substraten eine definierte Geometrie zu geben, die für weitere Funktionen bei MEMS wichtig wird [GAT02, TAN05]. Für die Bearbeitung spröder Werkstoffe hat sich das Wissen über den Übergang von duktil zu spröd als wichtig herausgestellt. Ein duktiles Trennen wird für eine präzise und hochqualitative Bearbeitung bevorzugt. Schleifende Verfahren ermöglichen unter bestimmten Umständen ein duktiles Trennen sonst vornehmlich spröd trennender Materialien. Hierbei werden zumeist diamantbesetzte Werkzeuge oder Eindiamantschneidwerkzeuge genutzt, die mit hoher Drehzahl und geringen Eingriffstiefen arbeiten. Die genutzten Vorschub-geschwindigkeiten sind sehr gering und liegen für die Bearbeitung im duktilen Modus $< 5 \text{ mm/s}$ [YAN09, SUZ07, PAT05, LI05, BRI12, BRI10]. Aufgrund der benötigten Prozessparameter sind diese Prozesse für eine Bearbeitung im Rahmen einer großvolumigen Stückzahl ungeeignet und werden eher für spezialisierte Anwendungen wie Teleskope und optische Bauteile verwendet. Ein Beispiel des duktil-spröden Übergangs in Keramiken ist im folgenden Bild zu sehen. Das Bild 2.2.1.5 zeigt den Übergang bei einem Ritztest an gebranntem Pyrophyllit mittels eines Diamanten. Der Übergang vom duktilen, plastischen Verformen hin zum spröden Brechen ist deutlich erkennbar. Dies wird durch Zunahme der Kraft über den Ritzweg erreicht. Zu sehen ist einmal die Vorschubrichtung der Ritzspitze, der

Übergang von duktil zu spröd und die Zunahme der Normalkraft an der Ritzspitze über den Vorschubweg. Durch die Zunahme der Normalkraft nimmt die kritische Belastung des Materials zu und ab einer gewissen Flächenpressung treten spröde Trennmechanismen auf. Rechts neben dem Bild ist der Verlauf der Ritzspur quer zum Vorschub dargestellt. Anzumerken in dem Bild ist zudem, dass im duktilen Bereich quadratische Strukturen erscheinen. Dies sind die Mullitkristalle in der Glasmatrix. Da Glas eine geringere Härte hat, lässt es sich durch die Ritzspitze und der Ritzkraft stärker plastisch verformen als die Mullitkristalle. Diese ragen nach der Entlastung etwas weiter aus der Glasmatrix heraus.

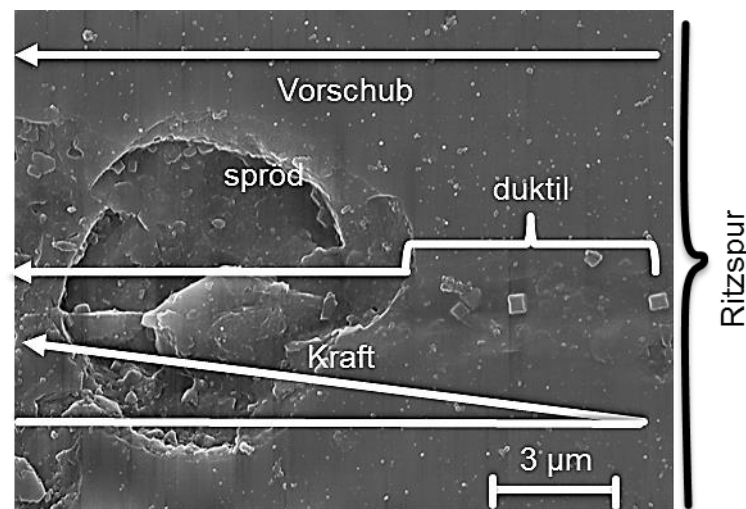


Bild 2.2.1.5 Rasterelektronenaufnahme (REM): Pyrophyllit gesintert nach Ritztest

Für die mechanische Bearbeitung von mikrotechnischen Werkstoffen wurden weiterhin Sonderverfahren entwickelt. Am Beispiel des Siliziums, das zurzeit als Standardwerkstoff in der Mikrotechnologie eingesetzt wird, wurde eine große Anzahl an Fertigungsverfahren adaptiert, um eine Bearbeitung zu ermöglichen. Beispielhaft sind hier Nicht-Kontaktverfahren mittels Laser aufgeführt. Das sogenannte Laserdicing lässt sich in drei Gebiete unterteilen [SUB03, COO06, STE14, DIS15]:

- Laser Full Cut (TLS Dicing wellenlängenabhängig, Dicke bis maximal 100 µm)
- Laser + Zwischenschicht unter Substrat (Die-Attached-Film, Zusatzmaterial nötig, maximal 100 µm)
- Water-jet-guided-Laser

Darüber hinaus gibt es eine Vielzahl mechanischer Sonderverfahren. Ein hier entwickeltes Verfahren ist das „Dice before grinding“-Verfahren. Hierbei wird das Substrat nicht komplett vereinzelt, sondern erst durch ein weiteres Umspannen auf ein plan-paralleles Werkzeug von der Rückseite aus bearbeitet. Hier wird schadigungsarm bis zur vorhandenen Schnittnut die Rückseite entfernt und die

Bauteile vereinzelt. Ein Nachteil dieses Verfahrens ist das zusätzliche Umspannen und Handling zwischen verschiedenen Anlagen [TAK07].

Ein ähnliches Verfahren ist das „Dice before etching“. Hierbei wird die Rückseite des Silizium-Substrats durch Ätzen bis zur Schnittnut entfernt. Auch hier werden wiederum Nuten eingebracht, die durch rückseitiges Ätzen zur Vereinzelung führen [LAN01].

Im Bereich der mechanischen Trennverfahren ist das Trennschleifen mit zwei verschiedenen Trennschleifblättern mit unterschiedlicher Schnitttiefe und Dicke zu erwähnen. Das erste Trennschleifblatt hat eine größere Dicke als das Trennschleifblatt, das schlussendlich vereinzelt. Dadurch sollen die Kantenausbrüche, das sogenannte Chipping, und die Seitenwandrauheit reduziert werden [GER02]. Eine Erweiterung dieses Verfahrens beschäftigt sich mit dem Ansatz, die Aufspannfolie (sog. Bluetape) dicker zu gestalten und die Schnitttiefe deutlich unterhalb des Substrats bis in die Folie zu verlegen. Dies hat jedoch eine verstärkte Bewegung des Substrats auf der nachgiebigeren Folie zur Folge [ADT15b].

Ein seit längerem existierendes Anwendungsfeld ist das Ritzen und Brechen von Substraten (bis 500 µm, nur gerades Ritzen in 90°-Winkeln). Hier ist jedoch mit unkontrollierten Ausbrüchen entlang kristallabhängiger Bruchkanten zu rechnen und ein Chipping lässt sich nicht vermeiden [GLO11].

Zühlke et al. vergleichen in ihrer Arbeit verschiedene Vereinzelungsverfahren. Dort dominieren die laserstrahlbasierten Fertigungen bis zu einer Substratdicke von 200 µm, danach erhöht sich die Prozesseffizienz des konventionellen Schleifens. Grund hierfür ist das notwendige mehrfache Überfahren des Lasers über die gleiche Stelle bei dickeren Substraten, bis eine finale Vereinzelung stattfindet [ZUE08].

Diese Sondertrennverfahren sind jedoch für keramische Werkstoffe nicht entwickelt oder werden nicht eingesetzt. Bisher wurden Verfahren beschrieben, die eine Bearbeitung der Keramik im Endzustand ermöglichen. Im Folgenden soll es jedoch um die Formgebung vor dem Sintern gehen.

2.2.2. Verarbeitung grüner oder weißer Keramiken

Die Strukturierung von Keramiken vor der thermischen Behandlung kann auch durch mechanische und nicht-mechanische Verfahren durchgeführt werden. Hier soll es zunächst um nicht-mechanische Möglichkeiten der Formgebung gehen. Ein Verfahren ist das Lasermikrosintern. Hierbei werden selektiv Gebiete des Keramikpulvers verschmolzen. Dieses Verfahren ist eine Abwandlung des reinen Lasersinterns [EBE08]. Es ermöglicht hochkomplexe Strukturen und Freiformflächen mit einer Schwindung von bis zu 20 %. Im Folgenden sollen zunächst nicht-mechanisch bearbeitende Möglichkeiten der Formgebung

betrachtet werden (Tabelle 2.2.2.1). Diese Verfahren wurden entwickelt, um die anspruchsvolle mechanische Bearbeitung in Teilen zu ersetzen.

Tabelle 2.2.2.1 Formgebung ungesinterter Keramiken [JAN08, EBE08, DHA02, VAN03, IMA06, BAU07]

Verfahren	Eigenschaften
Lasermikrosintern	Hochkomplexe Strukturen und Freiformflächen mit einem Schwindungsanteil von bis zu 20 %
Stereolithographie	Geringe Stabilität, da Polymerbinder und Delaminierung, vielfältige Strukturen
Ink-Jet-Printing	Hoher Wasseranteil, da flüssig und Sedimentation der Keramikpartikel in der Flüssigkeit, vorhandene Prozesstechnik des Druckens nutzbar
Gelation	Schichtweises Herstellen, hoher Masseverlust und hoher Gasanteil des Gels
Fused deposition of ceramics	Strangpressgeeignete Geometrie benötigt, günstige Formgebung, Kombination mit anderen Werkstoffen
Laminating	Oft benutztes Verfahren für durchkontaktierte Keramiksubstrate (LTCC), jedoch starkes Schwinden in unterschiedlichen Richtungen
Ceramic Injection Moulding	Hochkomplexe Geometrien fertigbar, Spritzgießfähigkeit muss gewährleistet sein, Vakuumverguss wird bevorzugt (Vermeiden von Lunkern)

Verschiedene Techniken werden verwendet, um Near-net-shape (endkonturnahe) Keramiken durch Verfahren wie elektrophoretische Abscheidung, displazive Kompensation der Porosität (DCP), selektive Laser-Härtung, Gelgießen und 3-D-Druck herzustellen. Ein neues Verfahren zur Erzeugung von Geometrien in Keramiken ist das 3-D-Drucken [WIT11, BAU07, PFR10] für poröse Keramikfilter. Hierbei wird im ungebrannten Zustand die Geometrie mittels Drucken aufgebracht. Dieses Verfahren führt zu einer erheblichen Schwindung des Bauteils.

Alle Technologien erzeugen die Geometrie im grünen oder weißen Zustand der Keramik. In diesem Zustand ist die Härte sehr gering und die Geometrie kann leicht hergestellt werden. Die meisten dieser Verfahren sind von einer Schwindung während der Wärmebehandlung begleitet. Der Bereich dieser linearen eindimensionalen Schwindung kann von 2 % bis 20 % [ANN05, DIC04, FRI05, CAI05, SEI05, NII04, WEI10] variieren. Einige Technologien können nahezu Net-shape-Strukturen erzeugen, jedoch verringert sich die Endfestigkeit

[FRI05]. Die lineare Schwindung ist zudem in den drei Raumrichtungen nicht konstant. Materialzusammensetzung, Temperaturfeld, Geometrie und Erhitzungsbedingungen können die Schwindung jedes Werkstücks [OZE06] beeinflussen.

Einige Sonderverfahren zur Formgebung von Keramiken sind das Umformen unter Hochtemperatur und hohem Druck. Es können einkristalline und polykristalline Werkstoffe derart verformt werden, dass diese sich wie Metalle umformen lassen [WAC54, CAN80]. Zumeist werden diese Umformverfahren jedoch im Grünzustand angewendet [WEI10].

Eine weitere Möglichkeit der Bearbeitung bietet sich im ungebrannten Zustand. Hierbei sind zwei Teilgebiete zu unterscheiden, die mechanische Grün- und Weißbearbeitung.

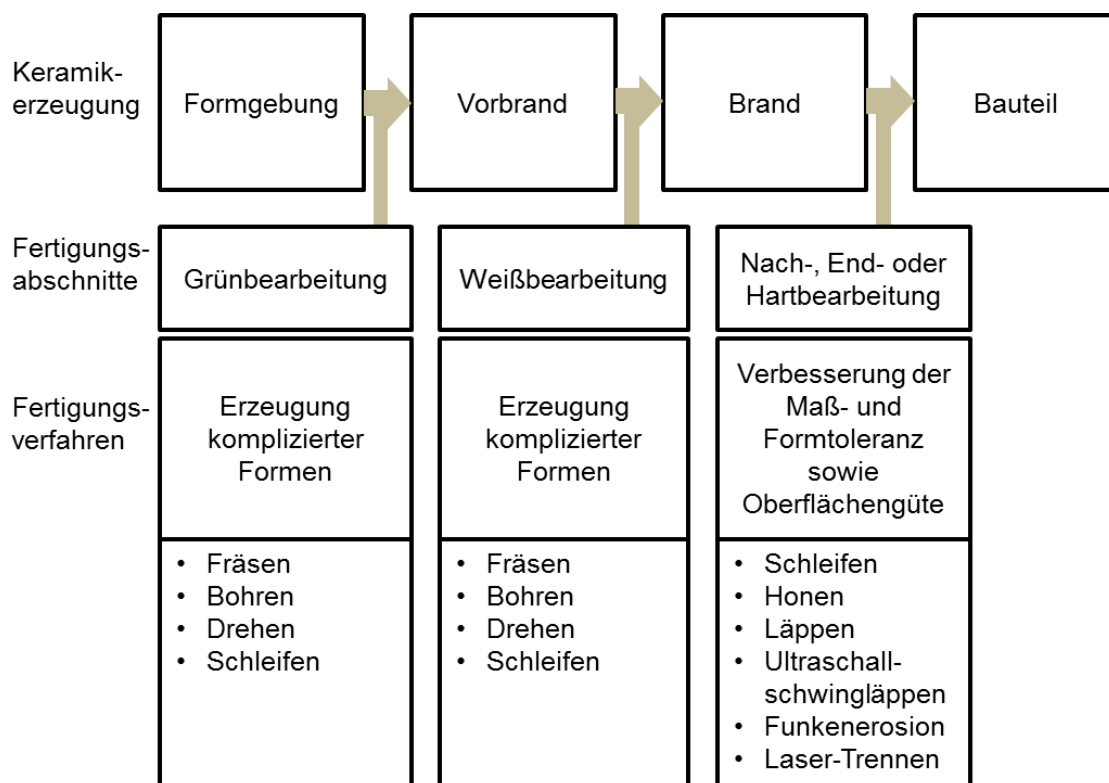


Bild 2.2.2.1 Bearbeitungszeitpunkte für keramische Materialien [WES03, SPU89]

Der sich im Bild 2.2.2.1 ergebende Vorteil ist, dass deutlich mehr Fertigungsverfahren abseits der Schleifverfahren zur Formgebung zur Verfügung stehen, die eine höhere Wirtschaftlichkeit besitzen als die Schleifverfahren zur Endbearbeitung. Die Vorteile der einfachen Bearbeitung stehen einer geringen Stabilität (Aufspannen der Bauteile) und einer Formänderung beim Sintern (Schwindung) gegenüber [FRI14].

Bei der Grünbearbeitung können aufgrund der geringen Bauteilfestigkeit Einschlüsse, Poren und andere Fehler die spätere Einsatzfähigkeit der

keramischen Werkstoffe reduzieren. Folgende Anforderungen an die Grünkeramik sind daher abzuleiten [BAR06]:

- Gute Verfügbarkeit der Rohstoffe
- Gesteigerte Festigkeit des Grünlings und verformungsarme Aufspannung
- Einfache Sinterverfahren (Verzicht auf Schutzgas, Vakuum, geringe Temperaturen etc.)
- Reduzierte Bearbeitungskosten (endkonturnahe Grünbearbeitung)

Die Bearbeitung keramischer Werkstoffe im ungebrannten Zustand bietet bei diesen Randbedingungen ein hohes Potential für eine kostengünstige Fertigung [KER04, MAY08b].

2.2.3. Dünnschichttechnische Bearbeitung von Keramiken

In dünnfilmtechnisch erzeugten Mikrosystemen für diverse Anwendungsfelder finden sich keramische Werkstoffe wie SiN, Al₂O₃, SiC etc. als Beschichtung [BAC05b, BOB08, DEN13a, DEN13b]. Diese werden hier als Isolationswerkstoff, biokompatibles Material, Verschleißschutz, Wärmeableitung oder zu optischen Zwecken genutzt. Hierbei sind jedoch die Volumina sehr gering, das heißt, dass diese Werkstoffe großflächig aufgebracht werden, jedoch die Schichtdicke deutlich kleiner als 1 mm ist.

Die verwendeten Werkstoffe sind zwar den keramischen Vergleichswerkstoffen sehr ähnlich, die zur Anwendung kommenden Verfahren sind jedoch andere. Es gibt Verfahren zur Abscheidung aus der Gasphase, durch Verdampfen oder durch Abscheidung mittels Ionenbeschuss. Die entstehenden Schichten sind nicht keramisch und müssen nicht thermisch nachbehandelt werden. Die Eigenschaften weichen daher von den gesinterten Werkstücken ab [RUP05].

In der Dünnschichttechnik gibt es weitere Verfahren zur Bearbeitung der Werkstoffe. Zu diesen gehört beispielsweise der Einsatz von Ätzverfahren, die sich in chemische und physikalische Ätzverfahren unterteilen. Die Bearbeitungsmöglichkeit hängt hier jedoch stark von den mechanischen und chemischen Eigenschaften der Materialien ab. Die Keramiken sind von Natur aus gegen mechanischen und chemischen Angriff nahezu resistent, was die Bearbeitung und den Einsatz in der Mikrotechnik einschränkt [BHA09, GOE07, SOA05].

Zusätzliche Anwendung finden keramische Werkstoffe als Schutzschicht auf Substraten, um Feuerfestigkeit oder chemische und mechanische Beständigkeit zu gewährleisten. Hierbei sind zwei Verfahren zu nennen, zum einen das Plasmaspritzen und zum anderen das thermische Spritzen [MCP89, SAM95, CAO04, BAC05b]. Mit Hilfe dieser Prozesse können angepasste, dicke keramische Schichten auf Oberflächen aufgetragen werden (mehrere 100 µm). Sie stellen einen bedeutenden Teil der keramischen Beschichtungsprozesse dar.

Es ist ein hochproduktives nicht-konformes Beschichtungsverfahren, ähnlich dem Sputtern [AUS11].

2.3. Integration von Keramiken in die Mikrosystemtechnik

Das Fügen ermöglicht die Kombination von Einzelkomponenten, die mittels unterschiedlicher Fertigungsverfahren erzeugt wurden und die in ihrer Vielfalt aufgrund von Prozessinkompatibilitäten zur Erzeugung eines Bauteils nicht direkt kombiniert werden können. Es können so z. B. komplexe Geometrien oder unterschiedliche Werkstoffeigenschaften erzielt werden. Das Fügen keramischer Werkstoffe sorgt für eine individualisierbare, produktive und flexible Nutzung der aufwändig zu fertigenden Bauteile [DRU12]. Es gibt verschiedene Bereiche des Fügens: das Kleben, das mechanische Fügen, das Fügen durch Ur- oder Umformen und das Schweißen. Die sehr spröden Eigenschaften und die geringe Zugfestigkeit keramischer Materialien bedürfen gesonderter Konstruktionsvorschriften und begrenzen den Einsatz der Fügemethoden [ALB14]. Das Verbinden von keramischen Bauteilen wird oft genutzt, um unterschiedliche Werkstoffpaarungen zu vereinen. Somit sollen die Eigenschaften einer Baugruppe gezielt an die Randbedingungen der Anwendung angepasst werden [MAY08a]. Hierbei spielt vornehmlich das Fügen durch Kleben eine bedeutende Rolle [ALB14, LUH09, MAY08a].

Im Folgenden sind einige der zum Teil mikrotechnologisch genutzten Löt- und Bondverfahren beschrieben. Es sind das Glaslöten oder das Direkt-Bonden zu nennen, die in der Mikrotechnologie häufig eingesetzt werden [GES01, HIL07, SCH12]. Silizium und Siliziumkarbid können mittels einer Siliziumschmelze gefügt werden [ALK01]. Hierbei wird das Silizium aufgeschmolzen und es bildet sich eine Verbindung zwischen dem Siliziumkarbid und dem Silizium. Bei diesem Verfahren werden jedoch eine Schutzatmosphäre und Temperaturen von 1.500 °C benötigt.

Weitere Verfahren zum Fügen von keramischen Materialien sind das anodische Bonden von Glas-Silizium-Bauteilen und das Oxidfügen von Keramik-Metall-Bauteilen. Beim anodischen Bonden werden bei hohen Temperaturen und angelegter elektrischer Spannung Borosilikatgläser oder LTCC (Beimischung von Borosilikat) chemisch mit dem Silizium verbunden. Hierbei kann auf ein Fügemedium verzichtet werden, jedoch sind die hohe Temperatur von 400 °C, die angelegte Spannung von bis zu 1.000 V und die erforderliche, sehr gute Oberflächenqualität der Fügepartner begrenzend in Hinblick auf die Einsetzbarkeit dieser Technologie [XIO10]. Eine Sonderform des selektiven Bondens stellt das Laser-direkt-Bonden dar. Hierbei finden vergleichbare Prozesse statt und nur an der laserbestrahlten Stelle wird eine unlösbare Verbindung geschaffen [TAO04]. Sonderverfahren zum Fügen sind unter anderem das eutektische Bonden, bei dem bei Temperaturerhöhung Diffusionsvorgänge zwischen zu verbindenden metallischen Schichten initiiert

werden, die zur Ausbildung stabiler intermetallischer Phasen führen, sodass die Bauteile gefügt werden können [BAU10]. Das Metall-Keramik-Fügen basiert auf der Thermobehandlung beider Fügepartner unter Schutzatmosphäre, sodass ein spontanes Oxidieren des Metalls durch die Atmosphäre unterbunden wird. Durch die Neigung der Metalle, Oxide zu bilden, treten bei hohen Temperaturen eutektische Phasen zwischen Metall- und Metalloxiden auf. Solche Verbindungen sind hochstabil, erfordern jedoch eine sehr genaue Temperatur- und Oberflächenkontrolle [LLO06]. Zum Fügen von Metall-Keramik-Verbundwerkstoffen werden Keramik- und Metallpulver zusammen gesintert oder gespritzt und ergeben so ein Verbundbauteil [SCH08b].

Einige lösbare Verbindungen, hauptsächlich Schraubverbindungen, existieren auch für keramische Werkstoffe. Diese finden jedoch nur begrenzt Anwendung, da Zugbeanspruchungen durch Keramiken nur begrenzt aufgenommen werden können. Die Zugfestigkeit ist um den Faktor 5 - 10 geringer als die Druckfestigkeit [GOO15].

Keramische Materialien finden in der Mikrotechnologie hauptsächlich als passive Schicht Anwendung. Hierbei sind keramische Schichten zur elektrischen und thermischen Isolation von Bedeutung. Sie werden als mechanischer Schutz vor Verschleiß und Abrasion eingesetzt. Einige speziell entwickelte Keramiken wie Al_2O_3 -TiC sind elektrisch leitend und besitzen eine hohe mechanische Festigkeit. Diese werden in Flugköpfen bei Festplatten eingesetzt [OLI97]. Andere Keramiken wie Siliziumkarbid oder Aluminiumnitrid werden aufgrund ihrer hohen Wärmeleitung zur Wärmeabfuhr in der Mikrotechnik eingesetzt. Sie besitzen eine Wärmeleitung ähnlich der von Aluminium oder sogar Kupfer, bei gleichzeitiger elektrischer Isolation und mechanischer Stabilität [FRI11]. Heutige technische Porzellane wie Steatit, Coderit und Mullit werden auf den Gebieten der Medizintechnik, Elektrotechnik, bei der Herstellung von elektronischen Bauteilen und in der Wärmetechnik (Sockel, Buchsen, Reglergehäuse, NH-Sicherungen, Durchführungen, Widerstandsträger, Achsen etc.) eingesetzt [KOL09].

Als Trägerwerkstoff für die Dünnschichttechnik finden kristalline Werkstoffe wie Silizium, Gallium-Nitrid etc. aufgrund ihrer halbleitenden Eigenschaften Anwendung. Diese besitzen Oberflächen geringer Rauheit, die für dünnste Schichtsysteme unerlässlich sind. Andere Trägermaterialien können jedoch auch rein keramische Materialien wie Al_2O_3 , SiC oder Glas sein. Hierbei spielen mechanische und elektrische Parameter eine bedeutende Rolle. Lässt sich, wie bei SiC, die mechanische und chemische Stabilität mit hoher Wärmeleitung kombinieren, können die erhöhten Material- und Bearbeitungskosten aufgewogen werden. Damit eine monetäre Einordnung der technischen Porzellane (am Beispiel des Pyrophyllits) vorgenommen werden kann, sind die Materialkosten für ein Substrat mit einem Durchmesser von 100 mm und einer Dicke von 0,5 mm angegeben (Tabelle 2.3.1).

Tabelle 2.3.1 Vergleich der Materialkosten

Material	Silizium	Al ₂ O ₃	SSiC	MSiC	Glas	Pyrophyllit
Preis relativ zu Silizium	1,0	7,0	14,5	23,0	2,0	0,4

Zusätzliche Verfahrensschritte der Oberflächenbehandlung können die Kosten stark beeinflussen. Dies betrifft vor allem kristalline, polierte Werkstoffe wie Silizium und monokristallines Siliziumkarbid (MSiC). Jedoch ist die Tendenz der steigenden Kosten deutlich zu sehen. Die Nutzung von keramischen Werkstoffen in Kombination mit anderen Materialien findet man in der Elektronikfertigung. Als Beispiele sind die keramischen Werkstoffe LTCC und HTCC zu nennen [SEB08].

2.4. Fazit aus dem Stand der Technik

Der Stand der Technik zeigt, dass auf dem Gebiet der Keramiken viele Forschungsarbeiten zu Anwendungen und Materialeigenschaften existieren. Die Möglichkeit, vielfältige maßgeschneiderte Materialeigenschaften erzielen zu können, ist als Begründung zu nennen. Je nach Anwendungsfall lassen sich die gewünschten Eigenschaften eines Materials einstellen und für die Anwendung optimieren. Die erreichbaren Eigenschaften dieser Materialgruppe sind den anderen Gruppen wie Metallen oder Kunststoffen ebenbürtig. Mit den keramischen Materialien lassen sich Eigenschaften der elektrischen Isolation mit einer hohen thermischen Wärmeleitung kombinieren, was die anderen Materialgruppen nicht zulassen. Dies wird durch angepasste Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse gezielt eingestellt.

Heutzutage kommen neuartige Herangehensweisen wie Rapid Prototyping und Formgebung im ungebrannten Zustand hinzu.

Aufgrund eines stetig steigenden Kostenbewusstseins sind die Preise für die Rohstoffe und die Bearbeitung von entscheidender Bedeutung. Die begrenzte Verfügbarkeit und die benötigte Reinheit der Ausgangsstoffe steigern jedoch den Preis.

Der Einsatz keramischer Werkstoffe geht häufig einher mit einer anspruchsvollen Bearbeitung sowie hohen Material- und Fertigungskosten. Weiterhin spielen die zum Teil benötigten Sinterprozesse eine entscheidende Rolle bei der hochpräzisen Fertigung von Bauteilen. Das Sinterverhalten ist sehr unterschiedlich und das Schwinden nach der Temperaturbehandlung von bis zu 20 % reduziert die Möglichkeit des Einsatzes keramischer Werkstoffe in weiten Teilen der Fertigung.

Bei der Suchanfrage über Google Trends für „green ceramic“ ist jedoch seit ungefähr zwei Jahren ein tendenzieller Anstieg der Nachfrage zu sehen. Zu

beachten ist nur der Trendverlauf, es sind nicht die absoluten Zahlen (Bild 2.4.1) auszuwerten.

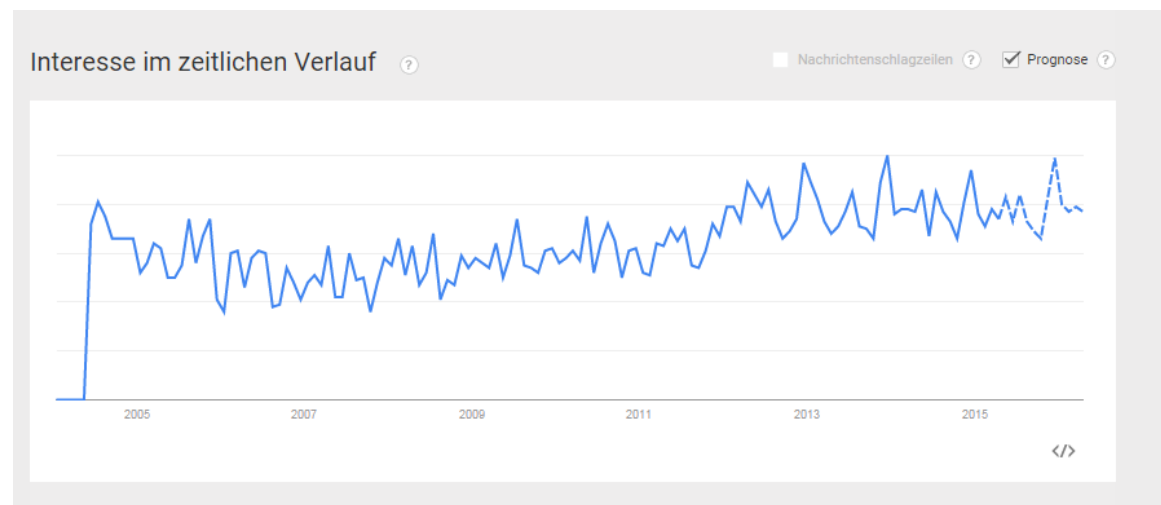


Bild 2.4.1 Trend zur Suchanfrage „green ceramic“ über Google Trends

Die Rücksprache mit einem Hersteller zur aktuellen Verwendung des Materials Pyrophyllit und dessen Abgrenzung zu Aluminiumoxid ergab, dass diese Keramik durch aktuelle Untersuchungen und Entwicklungen zur Industriereife gebracht werden soll. Pyrophyllit kann aufgrund einer günstigen Aufbereitung, der Möglichkeit einer endkonturnahe Fertigung und durch kostengünstigere Sinterprozesse zukünftig dem Standardwerkstoff Aluminiumoxid oder Steatit Konkurrenz machen. Zurzeit sind auf dem Markt keramische Erzeugnisse aus Steatit zu erwerben, die ein ähnliches Verhalten wie Pyrophyllit besitzen und bereits als Ersatz für Aluminiumoxid genutzt werden. Steatit sintert bei 1.350 °C porenfrei, jedoch mit einer Schwindung von mehr als 10 % [VEL07].

Aus den zusammengetragenen Informationen lässt sich ein Anforderungskatalog für die Nutzbarmachung von Keramiken aufstellen [QIN10, PFR10, BAR06, KER04, MAY08b]:

- Kostengünstige, verschleißarme Bearbeitung
- Endkonturnahe Fertigung
- Keine Nachbearbeitung
- Keine Kompromisse in der Materialfestigkeit
- Geringe Prozesskosten zur Gewinnung, Aufbereitung und Sinterung der Keramiken
- Vermehrter Bedarf an hochspezialisierten Werkstoffen

Der Stand der Technik zeigt Möglichkeiten auf, eine hochpräzise, effiziente und kostengünstige Fertigung zu erreichen, die den Einsatz in der Mikroproduktion ermöglicht.

3. Aufgabenstellung und Zielsetzung

Im Rahmen dieser Dissertation sollen Prozesse und Vorgehensweisen untersucht werden, die eine hochpräzise Mikrobearbeitung mit geringer Schrumpfung von technischer Keramik am Beispiel von Pyrophyllit ermöglichen. Hierbei wird vor allem Wert auf die endkonturnahe Fertigung und den minimalen Werkzeugverschleiß gelegt. Weiterhin sollen die mechanischen Eigenschaften des Materials bestimmt und eine Eingliederung in das Trennverhalten ungebrannter Keramiken ermöglicht werden.

Das gewählte Fertigungsverfahren Trennschleifen wird als Referenzverfahren aufgrund der erreichbaren Werkstückqualität und präzisen Fertigung gewählt, um so die Vorteile und Nachteile der ausgesuchten Keramik herauszuarbeiten. In Anlehnung an vorhandene Mikroprozesse wie das Trennschleifen von Silizium soll in dieser Arbeit das bereits bekannte Wissen auf das Material Pyrophyllit im ungebrannten Zustand angewendet und erweitert werden. Es werden die erreichbaren Strukturgenauigkeiten, die Formänderung, der Materialverlust und die Materialdaten der Keramik in unterschiedlichen Sinterzuständen ermittelt. Da sich die Materialeigenschaften erheblich zwischen ungebranntem und gesintertem Zustand unterscheiden können, ist hier eine differenzierte Aussage über die Bearbeitungsergebnisse in Abhängigkeit vom Materialzustand zu treffen. Am Ende der praktischen Versuche sollen die Bearbeitungsvorschriften für das Trennschleifen von ungebranntem Pyrophyllit ermittelt und dargestellt sowie Wechselwirkungen erklärt werden. Hierbei sind die Qualitätsmerkmale Seitenwandrauheit, Seitenwandausbrüche (Chipping), Öffnungswinkel der Schnittnut und der Werkzeugverschleiß von Bedeutung. Um quantitativen Aussagen machen zu können, wird das Verschleißverhältnis G gebildet und die Abhängigkeiten von Prozessgeschwindigkeit, Vorschub und Schnittgeschwindigkeit betrachtet. Zur Verifizierung der ersten Erkenntnisse werden Langzeit-Schnittversuche durchgeführt, um eine sichere Prozessaussage treffen zu können.

Dieser praktische Teil wird von theoretischen Betrachtungen zu den vorherrschenden Verschleißarten, den Materialeigenschaftsänderungen und dem Trennmodell begleitet.

Die Verschleißerscheinungen werden mittels In-situ-Schnittleistungsbewertung und -Schleifscheibenanalyse untersucht. Diese Prozessbedingungen werden zudem durch eine In-situ-Kraftmessung am Institut für Fertigungstechnik und Werkzeugmaschinen (IFW) zur quantitativen Erfassung von Daten erweitert. Diese Messungen dienen der Bewertung des vorherrschenden Verschleißmechanismus beim Trennschleifen und zur Erstellung eines Trennmodells für die Bearbeitung ungesinterter keramischer Werkstoffe. Aufgrund der fehlenden Erkenntnisse der mechanischen Eigenschaften wie E-Modul und Härte im ungesinterten Zustand sollen am IMPT mittels

Nanoindentation die benötigten Werte ermittelt werden, um so Rückschlüsse auf die vorherrschenden Trennmechanismen ziehen zu können. Hierbei ist der Übergang vom duktilen zum spröden Trennen wichtig. Dieser hat Auswirkung auf die Bewertung und Berechnung der kritischen Spantiefe und die mögliche duktile Bearbeitung. Die Ritzwertanalyse ermöglicht es, den Übergang von duktiler zu spröder Bearbeitung für ungebrannte Pyrophyllitkeramik praktisch zu ermitteln. Dieser Wert soll mit der aus der Berechnung stammenden kritischen Spantiefe für die duktile Bearbeitung verglichen werden. Nach diesem Vergleich kann eine Aussage über die Anwendbarkeit vorhandener Berechnungen und Modellvorstellungen getroffen werden.

Die Kombination aus den praktischen und den theoretischen Informationen in dieser Dissertation soll eine Darstellung der Bearbeitungsmöglichkeiten geben, die einen Weg für eine hochqualitative und effektive Fertigung ungebrannter Keramiken durch das Trennschleifen eröffnet.

Im folgenden Kapitel wird die Vorgehensweise in den drei Teilgebieten Sintern von Keramik, Trennschleifen und Nanoindentation einzeln erörtert und mit dem theoretischen Modell der Prozesse im letzten Kapitel verknüpft.

4. Vorgehensweise und Versuchsplanung

In den Untersuchungen in dieser Arbeit geht es im ersten Schritt um die Quantifizierung der auftretenden Änderungen der Pyrophyllit-Keramik während des Trocknungs- und Sinterprozesses. In Bild 4.1 ist der Ablauf der Versuche grafisch dargestellt.

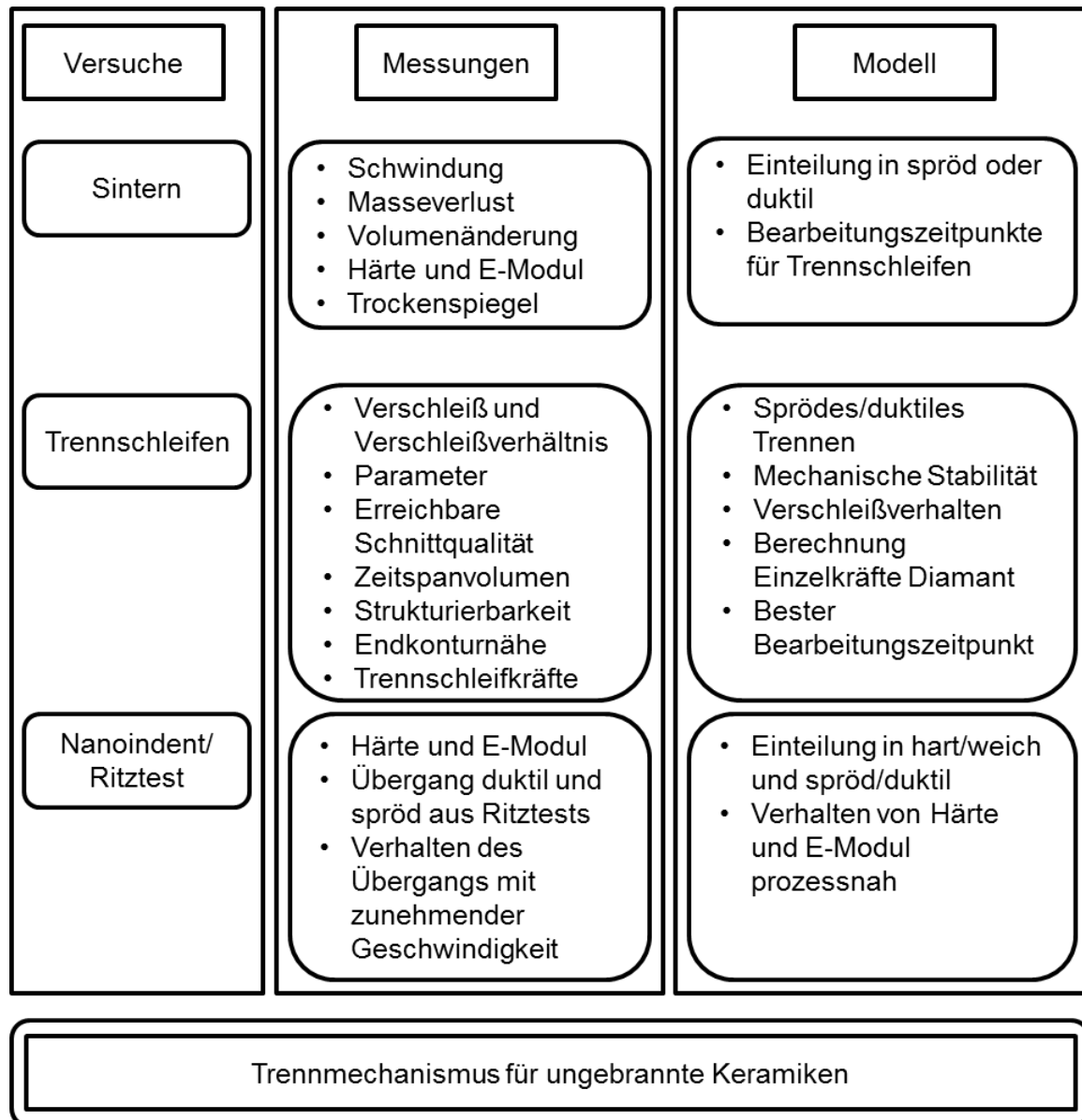


Bild 4.1 Vorgehensweise

Im ersten Schritt des Sintervorganges wird die Keramik in diversen Stufen des Temperaturprozesses gewogen, die Außenmaße vermessen und die mechanischen Eigenschaften mittels Nanoindentation charakterisiert. Es soll der Masseverlust zu jedem Zeitpunkt bestimmt werden, bis die Keramik ihre End Eigenschaften erreicht. So sollen, in Kombination mit der Volumenbestimmung, die Schwindung und das Wachsen des Materials anhand von definierten Mikrostrukturen quantifiziert werden. In Kombination mit der

mechanischen Analyse können so geeignete Zeitpunkte und Zustände für den nachfolgenden Schritt der mechanischen Bearbeitung durch Trennschleifen gewonnen werden. In diesem Teil sollen erste Anhaltspunkte für die spätere Einordnung zur duktilen, spröd/duktilen oder spröden Bearbeitung herausgearbeitet werden. Hierzu werden die Rauheit und die Kantenausbrüche beim Trennschleifen (sog. Chipping) als Information herangezogen.

Beim Trennschleifen sind vor allem die Strukturierbarkeit und die endkonturnahe Bearbeitung sowie die verschleißarme, hochqualitative und hochproduktive Fertigung von Interesse. Es wird eine definierte zu erzeugende Struktur gewählt, die vor und nach dem Sintern charakterisiert wird. Dies ermöglicht eine Bewertung der Endkonturgüte und eine Aussage zum Bearbeiten von ungebrannter Keramik.

Durch eine Analyse mittels eines Designs of Experiments (DoE) werden optimale Bearbeitungsparameter ermittelt, die danach eine Aussage über die erreichbare Schnittqualität, den Verschleiß und die Produktivität zulassen. Aus den sich ergebenden Versuchen soll eine Bewertung des Trennverhaltens dieser Keramik abgeleitet werden. Hierbei werden die sich verändernden Eigenschaften im ungesinterten Zustand einen großen Einfluss haben. Die Auswertung all dieser Erkenntnisse soll in ein Trenn- und Verschleißmodell münden. Hierzu werden zusätzlich Erkenntnisse aus den Indent- und Ritztests hinzugezogen. Die zugrundeliegende Annahme ist, dass je mehr Energie das Schleifkorn einbringt, desto spröder verhält sich das Material. Aufgrund der unbestimmten Geometrie der Schleifscheiben lassen sich Einzelkorneingriffe analog dem Einzelschneideingriff beim Fräsen nur durch Umwege bewerkstelligen. Daher soll ein Umweg über den Nanoindent mit einem einzelnen Diamanten zum Ziel führen. Das Bild 4.2 beschreibt das methodische Vorgehen der Analyse des Trennverhaltens von ungebrannter Keramik. Mit Hilfe der Nanoindentation sollen die Eingriffsverhältnisse beim Trennschleifen nachempfunden werden. Es soll ein Modell erstellt werden, das durch Auswertung von Indent- und Ritz-Versuchen das Verhalten im realen Eingriff beim Trennen vorhersagen kann. Hierbei sind, maschinenbedingt, einige Randbedingungen zu beachten. Im Nanoindenter ist keine Kühlung durch ein flüssiges Medium möglich, die Vorschubgeschwindigkeiten der Achsen sind begrenzt und die Diamantabmessungen der Spitze sind je nach Prozess verschieden. Es soll jedoch mittels Nanoindentation überprüft werden, ob unterschiedliche Indentenergien Variationen der ermittelten Härte und des E-Moduls ergeben und so ein Zusammenhang zwischen Trennenergie und Materialkennwerten aufgezeigt werden kann.

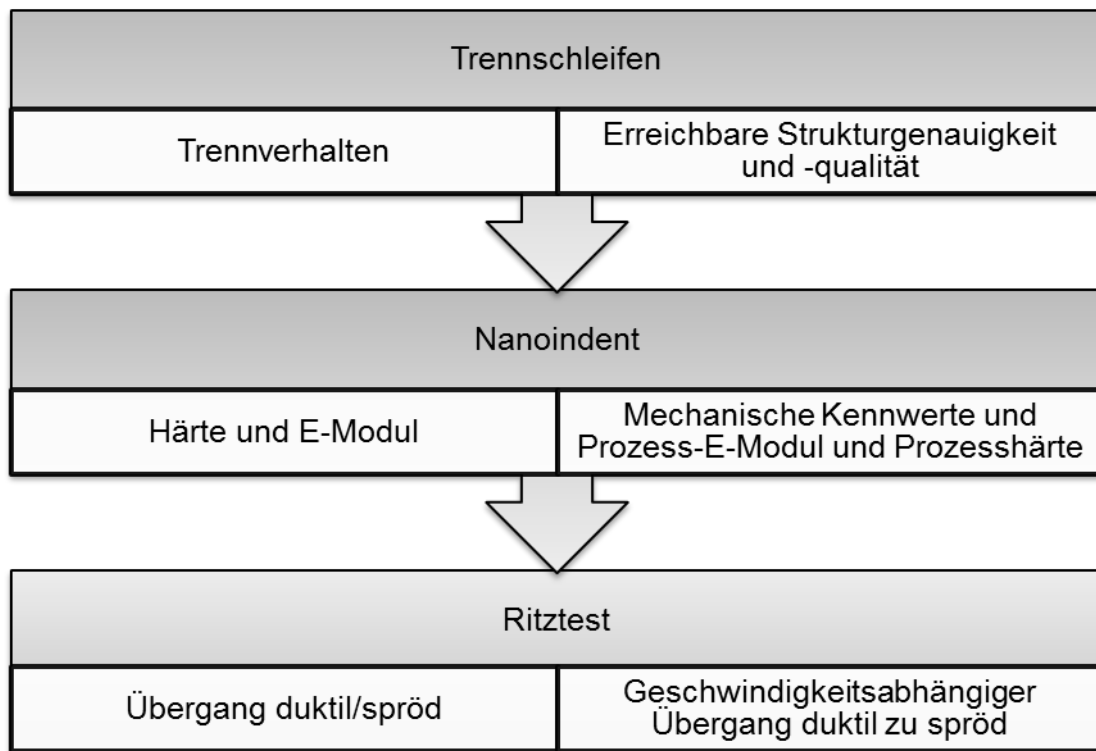


Bild 4.2 Modellbildung durch Nanoindent und Ritztest

Für die Überführung der Erkenntnisse aus der Nanoindentation können die Kennwerte „kritische Spantiefe“ und „Bruchzähigkeit“ werden aus den Prozessparametern und den Materialkenndaten berechnet werden. Es sollen die praktischen und theoretischen Annahmen gegenübergestellt und so eine Überprüfung vorhandener Berechnungsmethoden und Bearbeitungsrichtlinien vorgenommen werden.

5. Versuchstechnik

5.1. Sintern

Für die Durchführung der Temperierschritte zur Behandlung der Keramik wird ein Hochtemperaturofen der Firma Nabertherm genutzt. Dieser ist in der Bauweise als Muffelofen ausgelegt und bietet die Möglichkeit, unter Normalatmosphäre Proben bis auf 1.200 °C zu erhitzen. Eine Zuführung von Schutzgas ist aufgrund der Bauweise zwar möglich, jedoch ist keine hermetische Abschirmung zur Umgebung vorhanden. Die Kammer ist mit Schamottestein ausgekleidet, was eine gleichmäßige Temperaturverteilung erlaubt. Aufgrund von Materialermüdung ist ein abruptes Öffnen und Auskühlen nicht empfehlenswert. Die Abkühlzeiten hängen von der Maximaltemperatur ab, können jedoch bis zu 24 Stunden betragen. Das folgende Bild 5.1.1 zeigt links die Außenansicht des Ofens mit einer Sichtöffnung an der Frontseite und rechts angeschlossen die Stickstoffzufuhr. Im rechten Bild ist die Brennkammer zu sehen, die mit weißem Schamottestein ausgekleidet ist.

a)



b)



Bild 5.1.1: a) Sinterofen Außenansicht und b) Sinterofen Brennkammer

5.2. Trennschleifen

Zur Durchführung der Trennschleifuntersuchungen werden zwei Trennschleifmaschinen genutzt. Eine ist speziell für die Verschleißuntersuchungen umgebaut worden und die andere wird für die hochpräzisen Strukturierungsversuche genutzt.

Die modifizierte Anlage ist eine Disco-Trennschleifmaschine. Diese ist mit einem Umbau zur Leistungsmessung bei der Bearbeitung ausgestattet. Diese Modifikation wurde im Rahmen eines DFG-geförderten Projektes implementiert.

Dieser Umbau ermöglicht es, die benötigte Spindelleistung beim Trennschleifen und einen zunehmenden Leistungsanstieg (Verschleiß) zu messen. Das Bild 5.2.1 zeigt den prinzipiellen Ablauf dieser Leistungsmessung. Mit zunehmendem Verschleiß des Trennschleifblattes nimmt die benötigte Schnittkraft zu, sodass die Schnittleistung und somit die Gesamtleistung der Spindel ansteigen muss. Da die Regelung die Drehzahl und somit die Schnittgeschwindigkeit konstant hält, wird mehr Energie durch die Maschinensteuerung bereitgestellt.

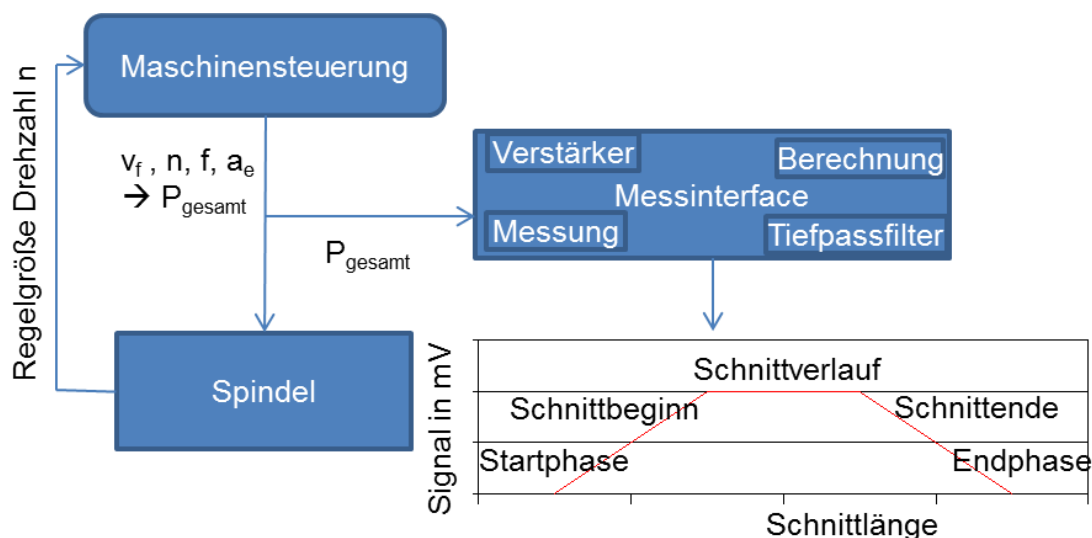


Bild 5.2.1: Schaubild der Leistungsmessung [SHL13]

Durch den Verschleiß der Abrasivmaterialien erhöhen sich die benötigten Trennkräfte, die wiederum durch den Zusammenhang von Schnittgeschwindigkeit und Tangentialkraft direkt die nötige Spindelleistung beeinflussen. Die zweite Trennschleifmaschine (DISCO DAC551) wird verwendet, um die Strukturen für die Bewertung der Bearbeitungsqualität zu erstellen. Im Bild 5.2.2 ist unter a) der Arbeitsraum beim Trennschleifen mit Spindel und Werkstückträger zu sehen, unter b) die DAC551 in Außenansicht und unter c) eine Auswahl an diversen Trennschleifscheiben: nickelgebunden, serrated, hubtype und kunststoffgebunden (v. l.).

a)



b)



c)

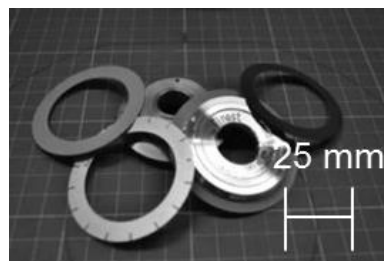


Bild 5.2.2: a) Bearbeitungsraum Trennschleifmaschine, b) Außenansicht Disco DAC551 und c) Trennschleifscheibenauswahl

In dieser Arbeit spielen nickelgebundene Trennschleifscheiben aufgrund ihrer im Stand der Technik beschriebenen Vorteile eine bedeutende Rolle. Durch die Verwendung dieser Blätter soll vermieden werden, dass sich herausgelöste Diamanten in der ungesinterten Keramik festsetzen und so eine weitere Charakterisierung erschweren.

5.3. Materialcharakterisierung

5.3.1. Härte und E-Modul

Für die Probenanalyse stehen diverse Verfahren zur Auswahl: das Indentverfahren, Ritztests, dynamische Verschleißmessungen und acoustic emission. In dieser Arbeit werden die ersten beiden Verfahren genutzt und in diesem Kapitel nochmal näher erläutert. Die letzten beiden Verfahren werden nur kurz beschrieben. Das Verfahren der acoustic emission dient zur Erkennung des Brechens vornehmlich von kristallinen Materialien durch akustische Analyse. Mit diesem Verfahren kann man kritische Bruchlasten von Schichten oder in Kristallen detektieren, die Rückschlüsse auf Rissausbreitung und Materialverhalten unter Druckbeanspruchung erlauben.

Das Messsystem ist mit einer aktiven Dämpfung ausgestattet, die es erlaubt, das Gerät in den Laboren zu betreiben, ohne die Messungen durch Vibrationen zu beeinflussen. Weiterhin besitzt die Anlage eine CCD-Kamera zum Positionieren der Indenterspitze. Zur Vorbereitung der Versuche muss die Probenoberfläche sauber von Verschmutzungen sowie lokal eben sein und sollte eine möglichst geringe Rauheit aufweisen. Aus diesem Grund werden die Proben, wenn erforderlich, poliert, um den Einflussfaktor der Oberflächenrauheit zu reduzieren.

Die Materialkennwerte „Härte“ und „E-Modul“ werden mittels eines Hysitron-Nanoindenters gewonnen. Dieses Gerät ermöglicht Eindringprüfungen im Sub- μm -Bereich und ist somit geeignet, hochfeste, spröde Materialien wie Keramiken und Gläser zu charakterisieren. Diese so gewonnenen Werte geben einen Aufschluss darüber, wie sich das Pyrophyllit in seinen unterschiedlichen Sinterzuständen verhält. Damit soll bestimmt werden, welche Bruchmechanismen zu erwarten sind und inwiefern vorhandene spröd-duktilen Trennvorgänge bei ungebrannter Keramik angewendet werden können. Die Anlage ist in Bild 5.3.1.1 a als Außenansicht zu sehen und Bild 5.3.1.1 b zeigt den Arbeitsraum in der Maschine. Die Anlage ist mit einem XY-Tisch ausgestattet, dessen Positioniergenauigkeit bei $\pm 2 \mu\text{m}$ liegt.

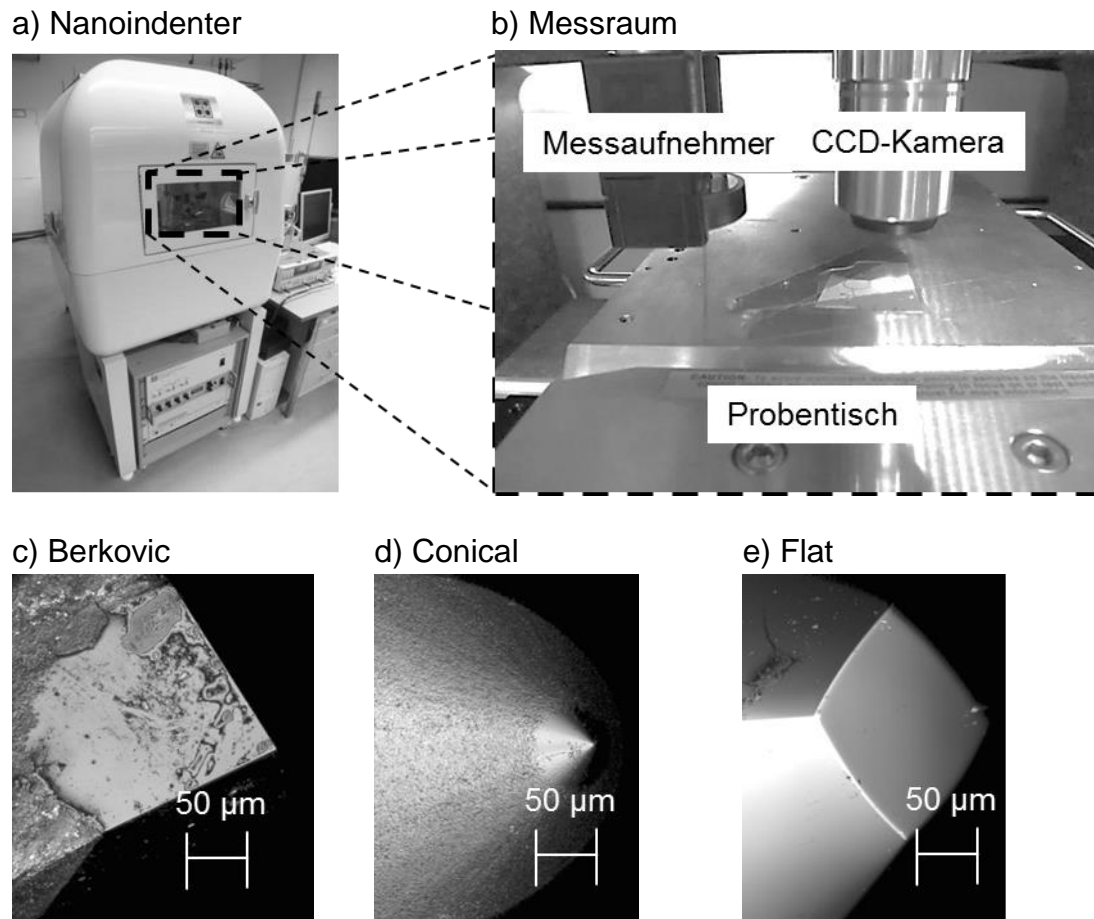


Bild 5.3.1.1 Messaufbau Hysitron und c–e) Darstellung verschiedener Messspitzen

Die Reibwertanalyse und die Versuche für die plastische Verformung beim Ritzen sind im folgenden Bild im Prinzip dargestellt (Bild 5.3.1.2). Hierbei werden mit definierter Normalkraft und Vorschub (Ritzweg und Ritzzeit) die Reibkraft und somit der Reibkoeffizient ermittelt. Durch die Zunahme der Normalkraft über den Ritzweg kann eine kritische Last herausgefunden werden. Diese kann als Übergang vom plastisch duktilen hin zum plastisch spröden Trennen angesehen werden [SUN11].

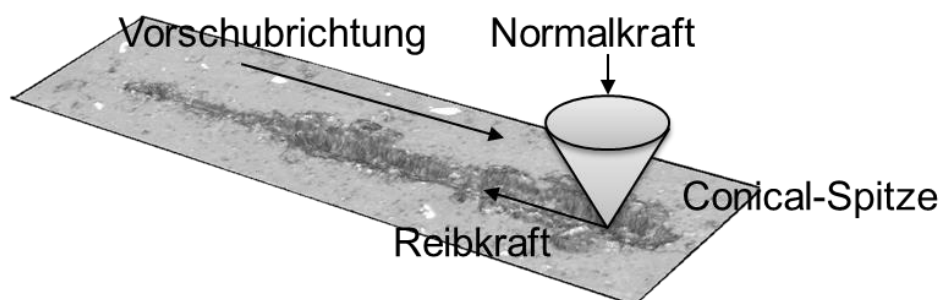


Bild 5.3.1.2 Prinzip der Reibwertanalyse

Die dynamische Reibwertanalyse bewertet das mechanische Eindringen einer definierten Indenterspitze über die Zeit (siehe Bild 5.3.1.1 e). Hierbei wird die Spitze mit der Oberfläche in Kontakt gebracht und mit vorher definierter Ritzlänge, Ritzzeit und Normalkraft bewegt. Die Reibwertermittlung erfolgt In-situ, da die Reibkraft bei bekannter Normalkraft gemessen werden kann.

Mit dem Nanoindenter können Indents, also Kraft-Eindring-Kurven, aufgenommen werden. Hierzu wird eine Diamant-Messspitze mit einer vorgegebenen Kraft in das Material gepresst (Bild 5.3.1.1 c). Diese Spitze ist eine dreiseitige Pyramide mit einem Spitzenradius von 80 nm. Diese Form der Spitzen wird auch Berkovic-Spitze genannt. Im Gegensatz zur Vicker-Spitze ist der Flankenwinkel 65° und die Pyramide dreiseitig. Diese Form ermöglicht eine höhere Genauigkeit der anliegenden dreieckigen Flächen und die Herstellung für die Nanoindenterspitzen gelingt präziser [HAE06]. Die Indenttiefe beträgt bei der Berkovic-Spitze $0,5\text{ }\mu\text{m}$ und bei der Vickers-Spitze $6\text{ }\mu\text{m}$ (Bild 5.3.1.3).

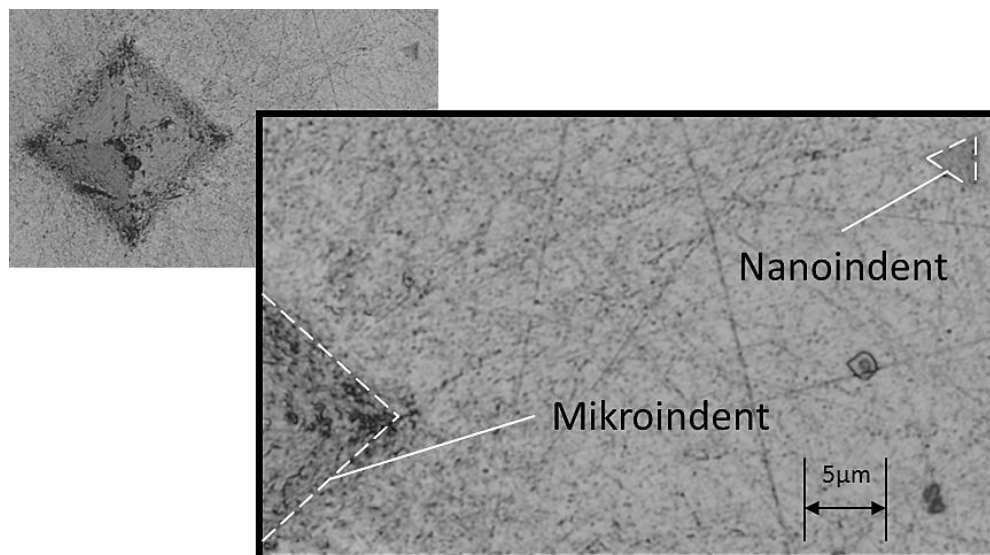


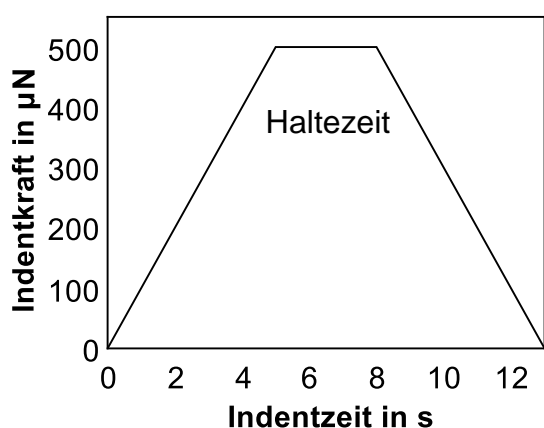
Bild 5.3.1.3 Vergleich von Mikro- und Nanoindentverfahren in Aluminium

In der Literatur werden die Härtewerte in Härte-Vickers angegeben. Die Messungen mit dem Nanoindenter ergeben Härte und E-Modul Werte im Bereich von GPa bzw. MPa. Der Umrechnungsfaktor der gemessenen Härte in HV ist 0,094 [FIS11]. Das heißt beispielsweise, dass eine Materialhärte von 10 GPa einer Härte von ca. 940 HV entspricht.

Um die Kenndaten zu bestimmen, werden dem Programm die Maximalkraft und die Position des Indents vorgegeben. Weiterhin muss die Art des Kraftverlaufes definiert werden. Dies geschieht durch eine Rampenfunktion wie in Bild 5.3.1.4 gezeigt. Es gibt prinzipiell drei grundsätzliche Funktionsverläufe: mit Haltezeit, ohne Haltezeit und mit zyklischer Belastung. Für diese Arbeit spielen nur die ersten beiden Arten eine Rolle. In Bild 5.3.1.4 a ist eine Funktion mit konstantem Anstieg, einer Haltezeit von zwei Sekunden und einer Entlastungszeit

angegeben, daneben ohne Haltezeit. Die Haltezeit sorgt dafür, dynamische Einflüsse während der ersten Phase der Kraftbeaufschlagung zu reduzieren. Die Einflüsse können elastische und plastische Verformungen beim Indent sein oder auch das Fließen des Materials unter der Indenterspitze. Die geringe Kontaktfläche an der Spitze des Gerätes sorgt für hohe Flächenpressungen, bei denen das Material unter der Spitze plastisch fließen kann, sich entlang der Pyramidenflanken aus der Prozesszone bewegt und „Aufhäufungen“ am Indentrand bilden kann.

a)



b)

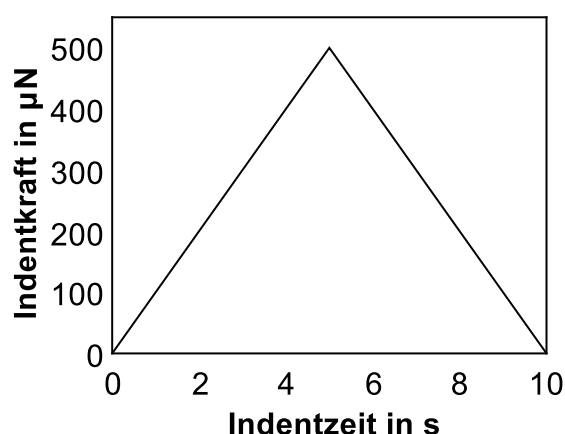


Bild 5.3.1.4 Kurven für Indenttests

Im Rahmen der Untersuchungen werden beide oben beschriebenen Funktionen getestet, um eine Aussage zur Härte und zum E-Modul bei prozessnahen Bedingungen der Bearbeitung (ohne Haltezeit, sog. Impulsversuche) treffen zu können.

Für Ritzversuche wird der Nanoindenter mit einer konischen Diamantspitze ausgerüstet (Bild 5.3.1.1 d) und ermöglicht so die Bestimmung von Reibwerten und von Ritz-Eindring-Prüfungen mit definierter Kraft und Weg-Zeit-Abhängigkeit. Damit können kritische Lasten auf eine Oberfläche und in den oberflächennahen Bereich aufgebracht werden, um das Materialverhalten zu studieren. Hierbei sind vor allem die Übergänge von duktilem zu sprödem Verhalten von großer Bedeutung.

Auch in dieser Funktion lassen sich Kraft, Geschwindigkeit und Ritzdistanz variieren. Damit lassen sich im Rahmen der Anlagenspezifikationen Einflüsse verschiedener Ritzenergien und das resultierende Verhalten des Materials untersuchen (Bild 5.3.1.5). Für die Beschreibung der Ritzfunktion sind zwei Einstellungen nötig. In Bild 5.3.1.5 a sieht man den Verlauf der Kraft der Ritzspitze über die Zeit. Im ersten Bereich ist eine sehr kleine Kraft eingestellt, diese dient zum Scannen der Oberfläche vor dem Ritz, die Kraftspitze im dritten Bereich zum Scannen nach dem Ritz. Die große Kraftspitze in der Mitte dient

zum Aufbringen der gewünschten Kraft über die Zeit bei einem definierten Weg (eigentlicher Ritzversuch). Dieser muss in einer separaten Funktion angegeben werden (siehe Bild 5.3.1.5 b). In dieser sind die Zeit und der laterale Weg der Indentspitze dargestellt. Für die Messungen in dieser Arbeit wird die Ritzlänge konstant gehalten (100 μm), womit sich die eingebrachte Verformungsenergie aus Kraft und Vorschubgeschwindigkeit zusammensetzt.

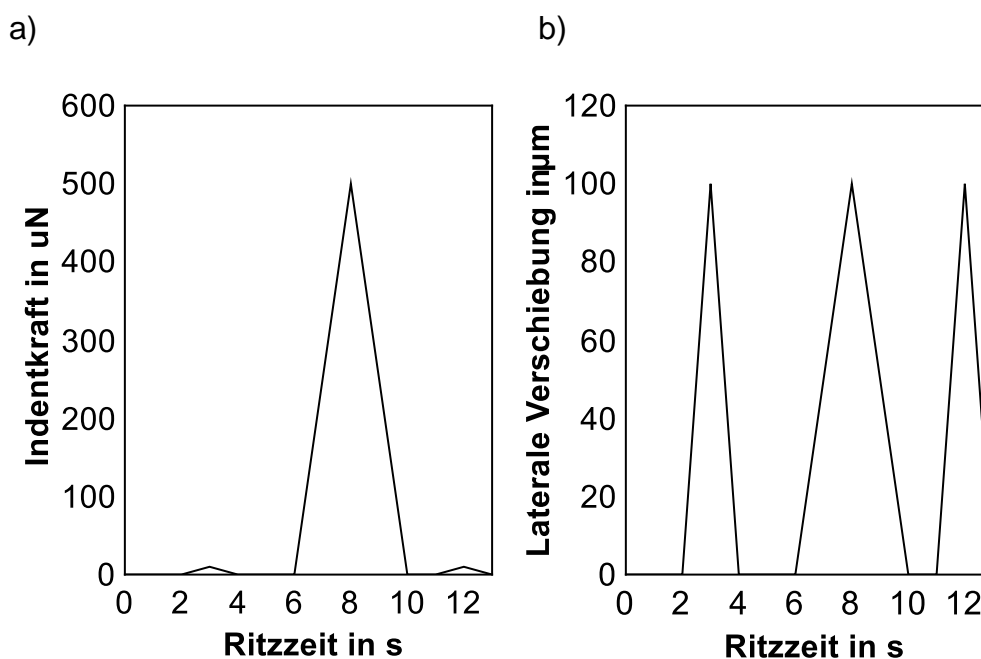


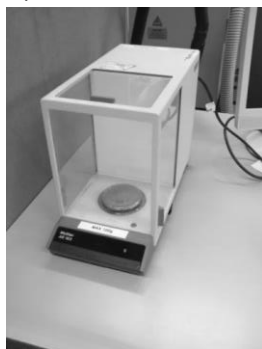
Bild 5.3.1.5 Funktionen für Ritztests: a) Zeit-Kraft-Funktion und b) Zeit-Weg-Funktion

Die beiden Scans vor und nach dem Ritz ergeben ein mechanisches Höhenprofil, das mit einer Kombination der optischen Auswertung der konfokalen Mikroskopie eine Bewertung der spröden und duktilen Trennmechanismen beim Ritz erlauben soll. Ein Augenmerk soll dabei auf die Oberflächenrauheit und die Ausbrüche entlang der Seite des Ritzes gelegt werden.

5.3.2. Volumen und Masse

Für die Bestimmung der Masse wird eine hochpräzise Waage der Firma Mettler verwendet. Mit ihr lassen sich Gewichtsveränderungen bis zu 0,1 mg ($\pm 0,02$ mg) aufgrund des Sinterprozesses ermitteln (Bild 5.3.2.1). Der Messtisch ist durch ein transparentes Gehäuse gekapselt, um eventuelle Beeinflussung durch Luftströmungen zu vermeiden.

a)



b)


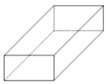

	4x4x4 mm Volumen ca. 64 mm ³ Oberfläche ca. 96 mm ² v/o = 1.5
	2x4x8 mm Volumen ca. 64 mm ³ Oberfläche ca. 112 mm ² v/o = 1.75
	1x8x8 mm Volumen ca. 64 mm ³ Oberfläche ca. 160 mm ² v/o = 2.5

Bild 5.3.2.1 a) Waage und b) Geometriemuster

Das Volumen wird an drei vordefinierten Geometrien bestimmt und ausgewertet (Bild 5.3.2.1b). Diese besitzen ein gleiches Volumen, jedoch aufgrund ihrer Geometrie eine andere Oberfläche. Durch diese Variation des Verhältnisses der Oberfläche zum gleichen Volumen, lassen sich Studien zum Trocknen der Keramik anstellen. So können der Materialverlust, die Schwindung und der Trockenspiegel bestimmt werden (Bild 5.3.2.2). Mittels des Trockenspiegels kann das Trocknen der keramischen Masse in % zur Querschnittsfläche ausgedrückt werden. Durch den Helligkeitsunterschied zwischen dem Grün- und dem Weißzustand der Pyrophyllit-Keramik ist dies messbar.

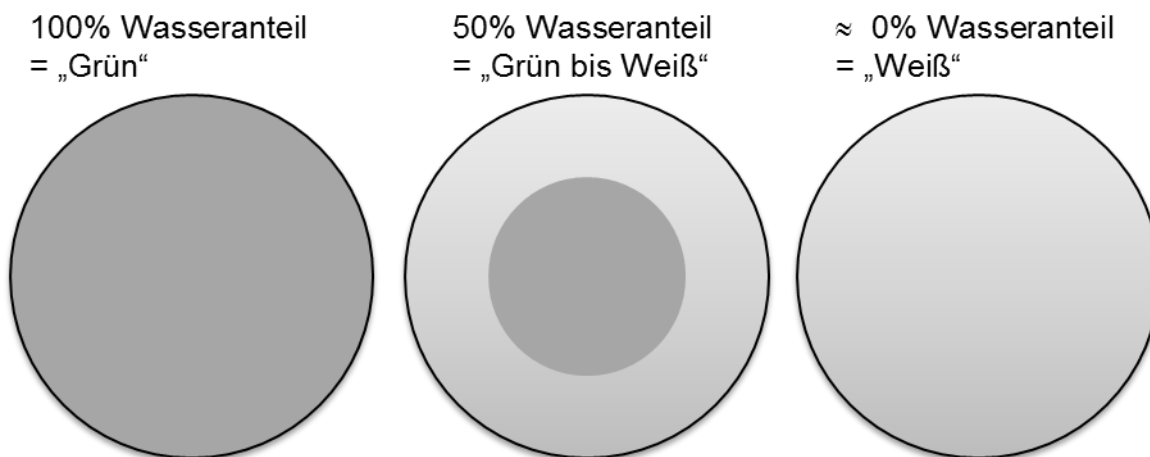


Bild 5.3.2.2 Prinzip des Trockenspiegels im Querschnitt

Die Annahme beim Trockenspiegel ist, dass je größer die Oberfläche, desto schneller kann das Material trocknen. Dies ist von Interesse, da dieser Zeitfaktor ein wichtiger Aspekt für die Wirtschaftlichkeit des Sinterns von Mikrostrukturen ist. In der Mikroproduktion herrschen mit zunehmender Miniaturisierung Verhältnisse vor, in denen die Oberfläche einen dominanten Einfluss auf die geometrische Gestalt hat und das Volumen vernachlässigbar wird. Die Sinterzeiten des Pyrophyllits des Rohmateriallieferanten richten sich nach bestimmten Querschnitten, welche deutlich größer als 1 mm und daher nicht für Mikrogeometrien ausgelegt sind.

5.4. Oberflächencharakterisierung

Die Oberflächencharakterisierung wird mit Hilfe eines konfokalen Lasermikroskops durchgeführt. Hier wird pro Ebene ein Bild mittels eines Lasers gemacht. Nach beendeter Messung werden alle Ebenen kombiniert und ein Höhenprofil ausgegeben. Das konfokale Mikroskop der Firma Keyence ist ein VK9700. Die Auflösung in axialer Richtung beträgt maximal 10 nm und wird durch einen „Piezo“ gesteuert. Die Auflösung in der Ebene ist vom verwendeten Laserlicht abhängig, dessen Wellenlänge 400 nm beträgt. Das heißt, dass die Höhenauflösung deutlich genauer ist als die Auflösung in der Ebene. Für diese Arbeit sind vor allem Rauheitsmessungen und Erhebungen der Oberfläche wichtig und dieses Gerät kann die benötigte Auflösung bieten. In Bild 5.4.1 a ist das Mikroskop mit dem Positioniertisch und eine Indentspitze mit Schaft während der Aufnahme mit einer 150-fach optischen Vergrößerung zu sehen. In dieser Arbeit werden nur Fertigungsverfahren genutzt, die zu aperiodischen Profilen führen und keinen Rillenabstand haben. Die zu erwartende Rauheit liegt im Bereich von $0,5 \mu\text{m} < R_z < 10 \mu\text{m}$ und somit ist die geeignete Messlänge der Einzelmessung 0,8 mm (DIN EN ISO 4287).

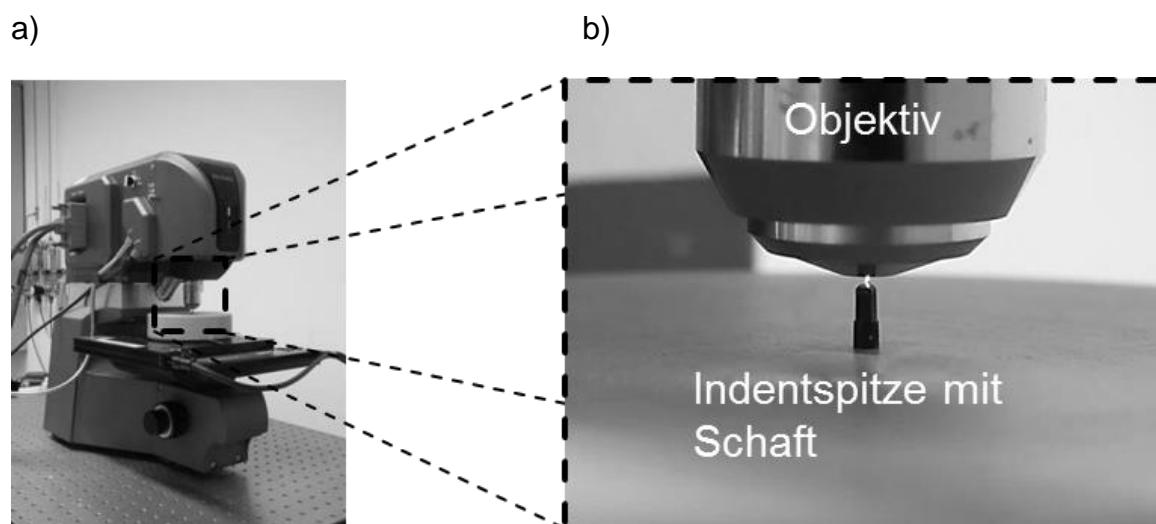


Bild 5.4.1 Konfokales Mikroskop a) und Messaufbau Objektiv und b) Werkstück

Der erste Kennwert ist der arithmetische Mittelwert der Rauheit R_a . Zur Berechnung werden linienförmig über die Gesamtfläche alle senkrechten Höhenunterschiede einbezogen. Mit diesem Kennwert kann eine erste Charakterisierung der Oberfläche geschehen und ein Vergleich mit bekannten Oberflächen gezogen werden.

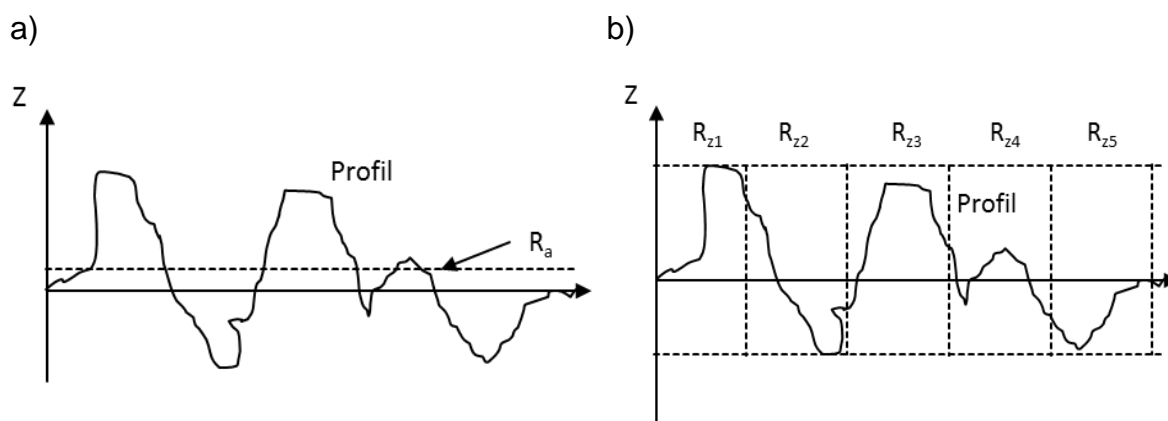


Bild 5.4.2 Auswertekonzept für a) die mittlere Rauheit und b) gemittelte Rautiefe

Ein weiterer hier genutzter Kennwert ist die gemittelte Rautiefe R_z , oder auch die größte Höhendifferenz des Messbereiches. Dieser Kennwert reagiert deutlich empfindlicher auf Spitzen und Täler auf der Oberfläche als der mittlere Kennwert R_a [DUT05]. In Bild 5.4.2 b ist ein prinzipieller Verlauf zu sehen. Die Messstrecke wird in fünf Teilgebiete unterteilt und am Ende der Messung wird ein gemittelter Wert der Einzel- R_z gebildet. Die Auflösung in der Bildebene ist abhängig von der Laserwellenlänge, der Brechzahl des Mediums auf dem Weg bis zur Probenoberfläche und dem Objektiv. Die Brechzahl des Mediums, hier Luft, ist nahezu 1. Das Objektiv besitzt vier Vergrößerungsstufen, 10-fach, 20-fach, 50-fach und 150-fach. Je nach gewählter Vergrößerung ergibt sich eine zunehmend bessere Auflösung in der Bildebene, jedoch sinkt der Messbereich von $1.400 \times 1.000 \mu\text{m}$ bei 10-facher Vergrößerung auf $90 \times 67 \mu\text{m}$ bei 150-facher Vergrößerung. Für die beiden ausgewählten Oberflächenkennwerte R_a und R_z werden weiterhin definierte Filtergrößen und Messlängen laut DIN EN ISO 4287 vorgeschrieben. Die in dieser Arbeit genutzten Einstellungen für die Oberflächenmessung sind in folgender Tabelle 5.4.1 aufgeführt.

Tabelle 5.4.1 Parameter für die optische Rauheitsanalyse

Einstellung	Parameter
Messlänge	60 Linien à 0,8 mm Messlänge
Vergrößerung	20-fach numerische Apertur 0,46
Cut-Off-Filter	0,8 mm
Optischer Filter	Profilfilterung nach Anstieg → „Höhenabschneideschwelle“ mit der Einstellung „Normal“
Probenausrichtung	Ausgleich der Verkippung der Proben

Für die Bewertung der Kantenausbrüche, das sogenannte Chipping, wird folgendes Verfahren genutzt. Mittels konfokaler Mikroskopie wird eine Messung in Draufsicht erstellt, die den Schnittspalt und alle Ausbrüche in diesem Messbereich erfasst. Hierbei kann eine gemittelte Schnittbreite von der Software ausgegeben werden. Je kleiner die errechnete Größe ist, desto besser ist der Schnitt gelungen. Im Idealfall ohne Chipping entspricht die berechnete Schnittbreite der Referenzschnittbreite des Trennschleifblattes. Dieses Verfahren soll ein gemitteltes Chipping über eine definierte Messlänge liefern, angelehnt an das Messprinzip der gemittelten Rauheit R_a . Die Messlänge x ist durch die 20-fache Vergrößerung auf 0,8 mm und die Messtiefe z auf 0,2 mm von der Bauteiloberfläche festgelegt. Durch das errechnete Schnittvolumen mit Hilfe der Software kann bei definierter Länge x und Tiefe z die Schnittbreite y berechnet werden. Um das Einlauf- und Auslaufverhalten bei der Bearbeitung zu umgehen, wird die Messung jeweils in der Probenmitte durchgeführt (Bild 5.4.3).

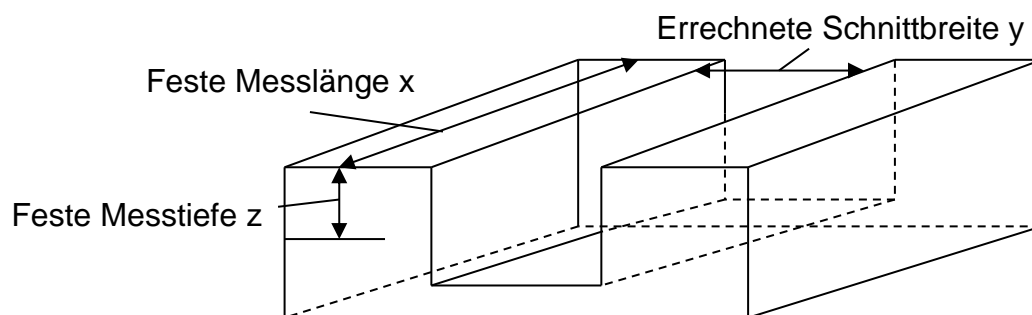


Bild 5.4.3 Messprinzip für die Quantifizierung des Chippings

Für die Bewertung des Öffnungswinkels des Schnittes wurde der Abstand zwischen beiden Flanken im oberen ersten Drittel sowie im unteren letzten Drittel gemessen. Hierbei ist ein geringer Unterschied das beste Ergebnis. Je senkrechter die Seitenwände sind, desto besser ist der Schnitt.

6. Adaption eines Sinterprozesses für Mikrostrukturen

6.1. Anpassung des Sinterprozesses

In diesem Kapitel wird der Sintervorgang des Materials Pyrophyllit in Hinblick auf mikroproduktionstechnische Anforderungen untersucht. Dabei werden folgende Eigenschaften betrachtet:

- Oberflächeneinfluss erhöht durch steigendes Verhältnis von Oberfläche zu Volumen
- Erzeugung hoher Aspektverhältnisse
- Präzision der Fertigung bis in den μm Bereich
- Kompatibilität mit Reinraumprozessen (Hochvakuum, Trägermaterial, passives Bauelement)

Zur Untersuchung wird der Werkstoff nach Herstellervorgaben gesintert und währenddessen charakterisiert.

Das Bild 6.1.1 zeigt den Standardverlauf dieser Temperaturkurve. Im Ausgangszustand bezeichnet man die Keramik als „grün“, also als ungebrannt und unbehandelt. Hier ist nur die gepresste Form mit Binder und Wasser vorhanden. In der ersten Phase des Temperierens wird das absorbierte Wasser ausgetrieben (nicht das Zwischenschichtwasser). In den ersten 10 Stunden wird die Probe konstant erwärmt, um bei 650 °C das Zwischenschichtwasser aus der ungebrannten keramischen Masse auszutreiben. Danach schließt eine Phase mit einer konstanten Temperatur von 650 °C an, die jegliches Wasser aus der Masse austreiben soll und die Probe völlig durchwärmt. Dieser Vorgang vermindert Risse und Verspannungen aufgrund von thermischem Verzug beim Aufheizen. Ist die Keramik völlig getrocknet, nennt man sie „weiß“.

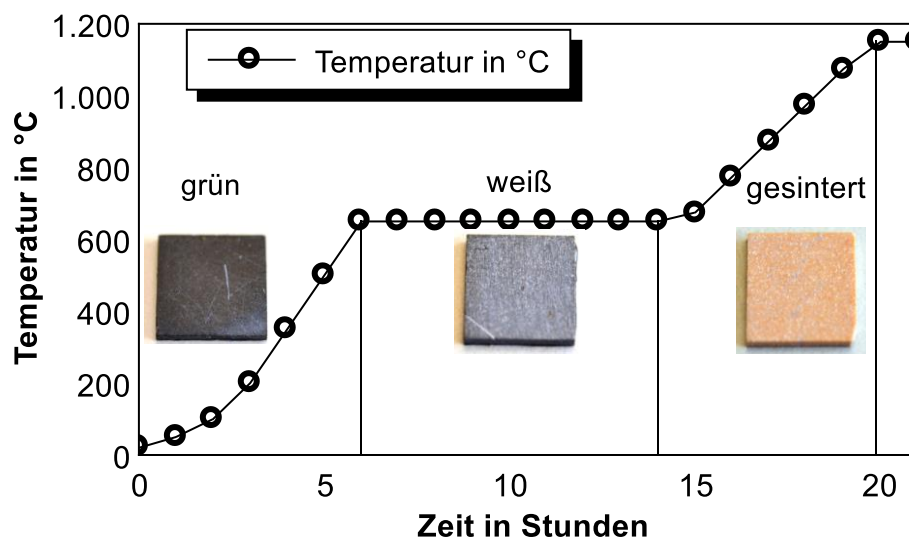


Bild 6.1.1 Farbliche Veränderung der Keramik von grün über weiß zu gesintert

In der weißen Keramik sind nur noch die keramischen Komponenten und der Binder vorhanden. In der Phase von 14–19 Stunden wird die Keramik bei

konstanter Aufheizung erwärmt und dabei findet das Austreiben des Binders statt. Dieser zersetzt sich durch Oxidation vollständig und die letzte einstündige Haltephase von Stunde 19–20 sorgt für ein gänztliches Sintern der Probe. Nach dem Abkühlen hat die Keramik ihre endgültigen Eigenschaften in Form und Farbe erhalten. Im Falle des Pyrophyllits gibt es einen Farbumschlag zu hellrosa. Mit diesem prinzipiellen Sinterverlauf wurden die drei ausgewählten Geometrien gesintert. In definierten Zeitabständen wurde der Sinterprozess unterbrochen und die Masse sowie das Volumen der Probe wurden bestimmt. Die Zeitpunkte nach 0, 6, 10, 14 und 20 Stunden wurden ausgewählt, da diese jeweils vor oder nach Stadien liegen, welche die Übergänge von grün zu weiß bzw. zu gesintert markieren. Die so ermittelten Masse- und Volumeneigenschaften sind im Bild 6.1.2 dargestellt. Die Masseänderung von 6 % findet in den ersten 10 Stunden statt und in der restlichen Sinterzeit verliert das Material nur noch 1–2 %. Weiterhin ist zu sehen, dass die unterschiedlichen Probengeometrien mit ihren variierenden Oberfläche-zu-Volumenverhältnissen hier keine auffälligen Unterschiede aufzeigen und alle Geometrien nahezu gleichermaßen Masse in Form von Wasser verlieren. Bei der Volumenänderung hingegen ist eine konstante Zunahme des Volumens zu verzeichnen. Diese Volumenzunahme erklärt sich durch eine anfängliche Vergrößerung der Poren durch den Dampfdruck des verdampfenden Wassers im Grünkörper sowie mit der Änderung im Zusammenhalt der keramischen Masse. Beim Verdampfen des Zwischenschichtwassers entsteht zudem beim Pyrophyllit eine Abstandsänderung der geschichteten Minerale.

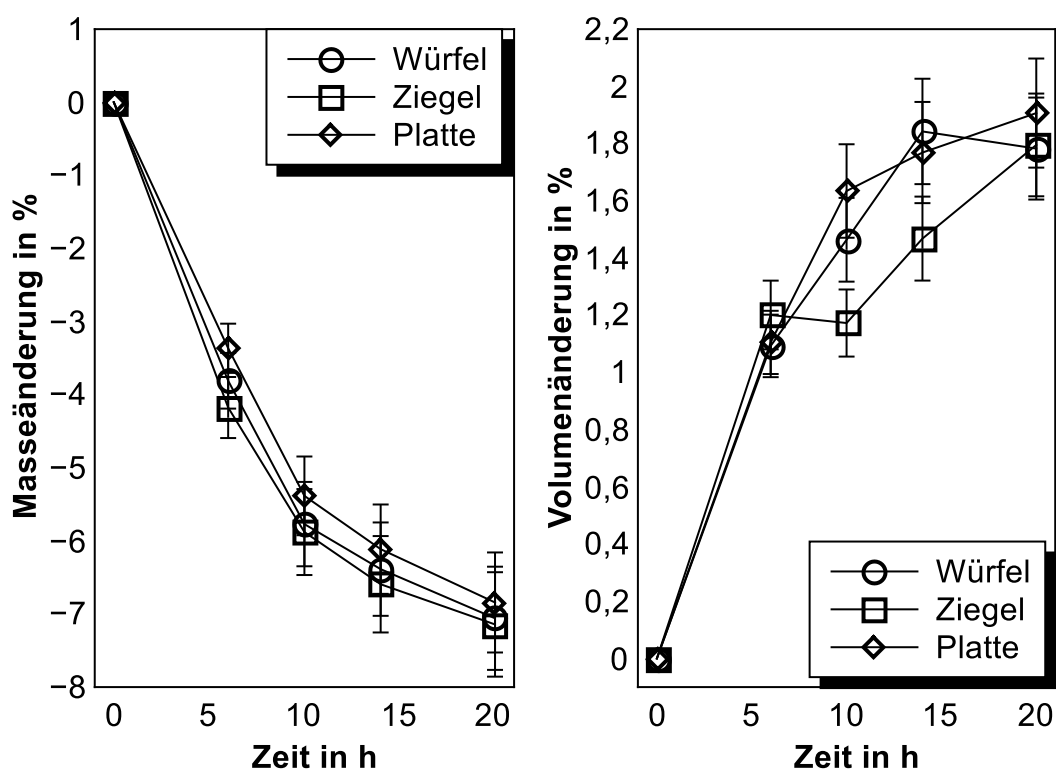


Bild 6.1.2 Vergleich der Volumenänderung bei unterschiedlicher Geometrie

Die Masse ist deutlich einfacher zu bestimmen als das Volumen. Bei der Volumenmessung sind die messbedingten Abweichungen und Schwankungen größer. Diese Volumenzunahme wird auch als einachsige Volumenzunahme dargestellt. Diese gibt die einachsige Volumenzunahme in % der Probe in X-, Y- und Z-Achse an. Für diese Angabe müssen die gemessenen Werte des resultierenden Volumens mit der dritten Wurzel multipliziert werden. Die lineare Ausdehnung beträgt ca. 1,7–1,9 %. Die angegebenen Messabweichungen kommen durch die Genauigkeit der genutzten Messgeräte und die Ablesegenauigkeit zustande. Mit der Annahme, dass sich die mechanischen Eigenschaften erst im letzten Abschnitt, dem Sintern, ändern, kann hier ein mögliches Bearbeitungsfenster ausgemacht werden. Diese Ergebnisse zeigen, dass geringe Formänderungen zwischen Bearbeitung und Sinterung möglich sind. Je kleiner die zusätzliche Formänderung nach der mechanischen Bearbeitung ist, desto präziser können Strukturen erzeugt und im gleichen Zuge verkleinert werden. Hierzu müssen jedoch weitere detaillierte Untersuchungen zu den genauen zeitlichen Abhängigkeiten angestellt werden. Mögliche Einflussfaktoren des Trocknens der Keramik und dessen Variation sollen im nächsten Kapitel behandelt werden. Geht man von einer maximalen Volumenzunahme von 2 % aus, ist eine Struktur mit einer Länge von 100 µm nach dem Sintern um 2 µm größer. Die geometrische Änderung muss normalerweise vorgehalten werden (sog. Auf- oder Untermaß) und kann je nach Material und Querschnitt variieren. Legt man jedoch den Bearbeitungspunkt zwischen 6 und 14 Stunden, lässt sich dieser Wert auf < 1 µm reduzieren. Dieser Wert grenzt an die Genauigkeit der meisten Präzisionsbearbeitungsanlagen.

6.2. Untersuchung des Sinterprozesses und der Volumenvergrößerung

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit dem Auftreten der Volumenvergrößerung dieser Keramik (Pyrophyllit). Normalerweise schwinden keramische Bauteile beim Sintern, hier muss jedoch von einer Volumenzunahme ausgegangen werden, die bis zu 2 % betragen kann.

Um diese Auswirkungen auf die mechanische Strukturierung abzuschätzen, ist die Volumenänderung und somit die Längenänderung von großer Bedeutung. Die lineare Volumenzunahme zeigt für die drei unterschiedlichen Geometrien ein ähnliches Verhalten. Als Beispiel sei der Zustand bei 14 Stunden herangezogen. Hier ist jegliches Wasser aus den Proben entwichen und die restliche Geometrieänderung ist sehr gering (geringer als 0,5 %). Der Einfluss der Längenänderung ist in diesem Zustand deutlich geringer, was eine genauere Formgebung erlaubt. Dies hat eine einfache, verschleißarme Bearbeitung zum Vorteil, da hier noch kein eigentliches Sintern stattgefunden hat. Mehr Details zu der mechanischen Änderung von Härte und E-Modul werden im Kapitel 6.4 näher untersucht.

In den folgenden Kapiteln wird der Geometrieeinfluss auf das Sinterverhalten untersucht. Die Herstellerangaben zur Volumenänderung beziehen sich auf einen Querschnitt von 10 mm, diese Abmessungen werden in den Versuchen jedoch deutlich unterschritten. Es werden mechanisch komplexe Strukturen hergestellt, die in dieser Werkstoffgruppe so noch nicht untersucht sind.

Eine Analyse der stündlichen Änderung der Bauteilmasse zeigt das Bild 6.2.1. Die stündliche Änderung der Proben ist über die Zeit in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Zur Einordnung des Sinterzustandes ist zusätzlich die Temperaturkurve des Ofens dargestellt. Somit sollen Änderungen an markanten Punkten mit der Temperaturkurve in Verbindung gebracht werden. Die Temperaturschritte bis zur 6. Stunde (grün zu weiß) und ab der 14. Stunde (weiß zu gesintert) des Temperierprozesses zeigen die Phasenumwandlungen des Pyrophyllits. Diese Umwandlungen sind unter anderem für die Volumenzunahme verantwortlich. Durch die zunächst teilweise flüssige amorphe Glasmatrix, die bei Temperaturen von 600–800 °C entsteht, werden die Volumenänderungen nach dem Abkühlen in der Probe fixiert und die reversiblen Phasenumwandlungen des Quarzanteils sorgen unter anderem nicht wieder für eine Schwindung während des Abkühlens. Es wurden jeweils 3 Proben der gleichen Geometrie und im gleichen Sinterzustand vermessen. Zu sehen ist, dass ungefähr 13–14 Stunden nach Beginn des Temperierprozesses 6–10 % Masseverlust auftreten (Bild 6.2.1).

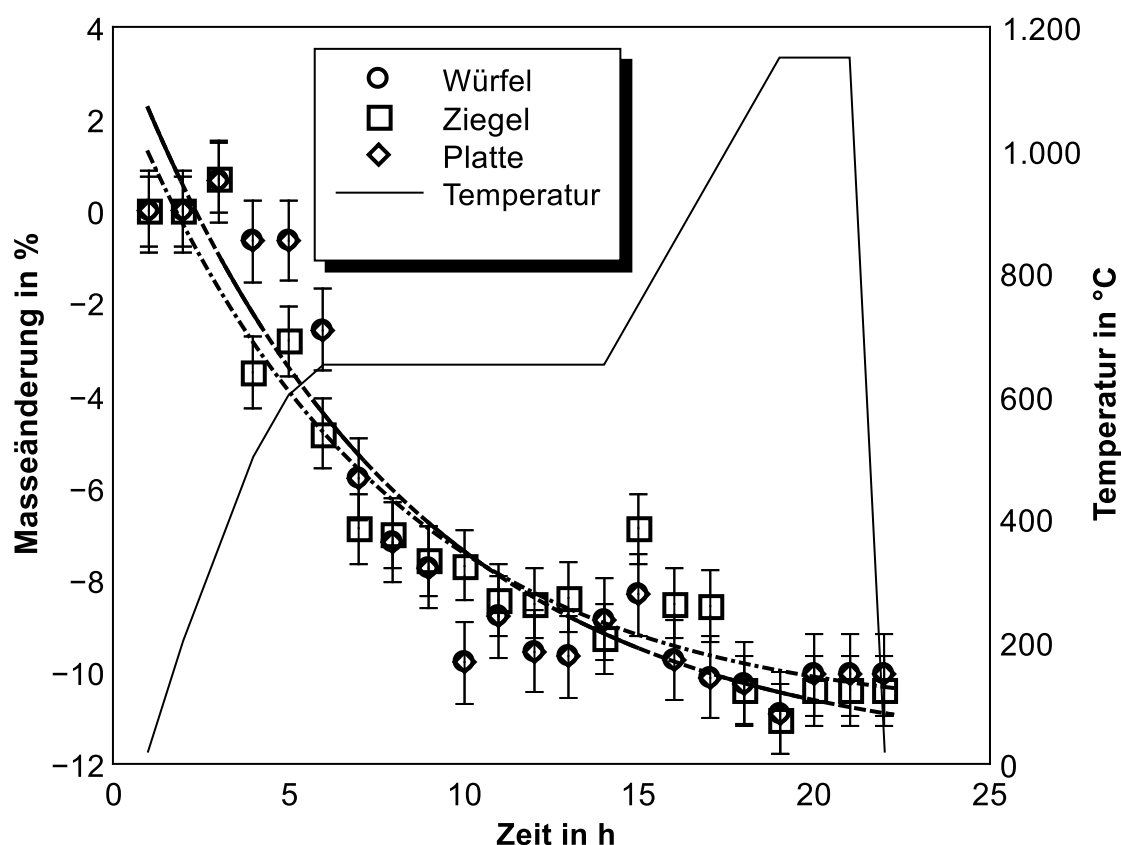


Bild 6.2.1 Masseänderung und Temperaturänderung über die Zeit

Eingezeichnet ist die Tendenz der Masseänderung, da die Messgenauigkeit bei $\pm 1\%$ liegt und die Schwankungen einzelner Messungen beeinflusst (z.B. bei 3 und bei 15 Stunden). Dies ist auf den Verlust des in der Keramik enthaltenen Wassers zurückzuführen, dessen Verdampfen gleichzeitig zu einer Volumenausdehnung führt. Die restlichen 2 % Masseverlust sind auf den Binderverlust in der finalen Phase zurückzuführen. Tendenziell ist mit zunehmender Oberfläche (Würfel < Ziegel < Platte) ein schnellerer Masseverlust zu sehen. Dieser wird jedoch mit zunehmender Geometrieverkleinerung fast vernachlässigbar.

Ziel soll es sein, kein Untermaß in den gewünschten Strukturen vorsehen zu müssen. Vielmehr sollen durch mechanische Bearbeitung geeigneter Sinterzustände die Abweichungen vom Sollmaß minimiert werden. In Bild 6.2.2 ist die Gesamtvolumenänderung dargestellt. Hier ist wiederum eine Volumenvergrößerung von ca. 4 % entstanden. Die sich ergebenden Schwankungen der Messwerte resultieren aus der Vermessung der Außengeometrie der Strukturen. Die gesamte einachsige Längenänderung beträgt 1,8 % und die restliche Volumenvergrößerung nach 14 h nur noch 0,6–0,8 %.

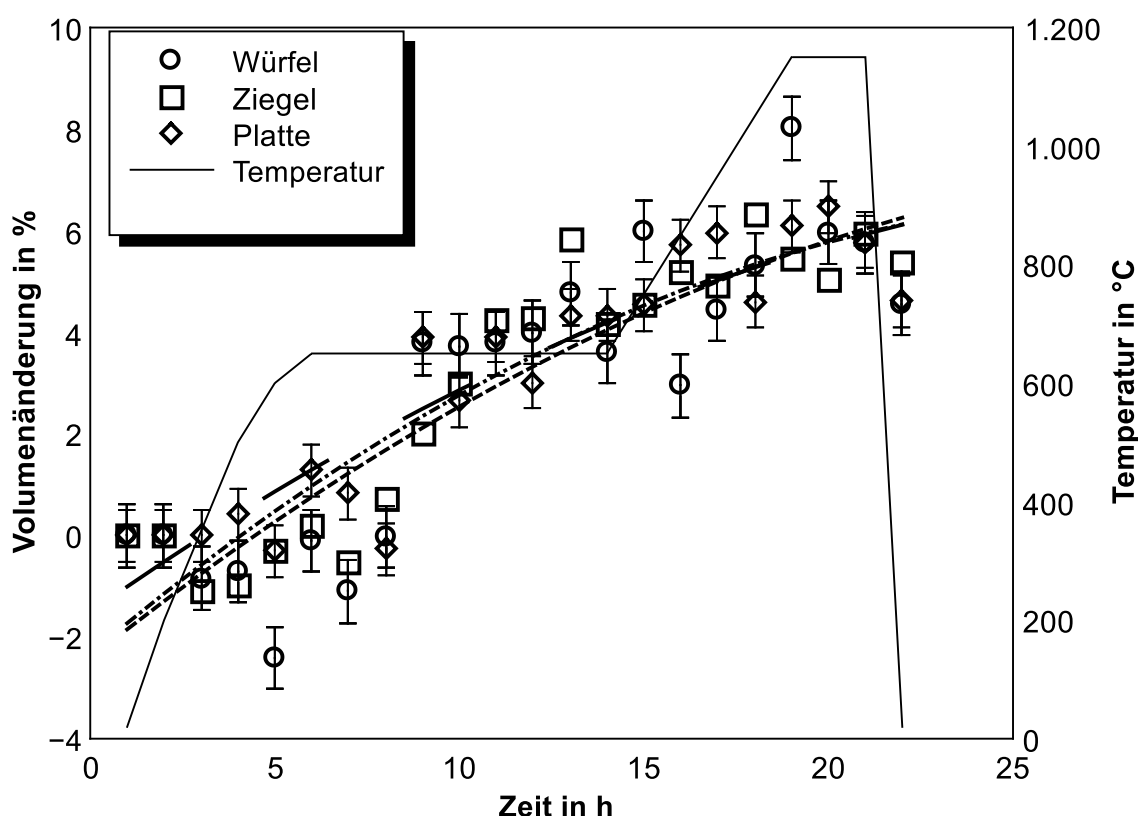


Bild 6.2.2 Volumenänderung über die Sinterzeit

Das Bild 6.2.3 zeigt die Keramik in ihrem gebrannten Zustand. Zu erkennen sind drei wesentliche Bestandteile der Keramik: Nadelmullit, Al_2O_3 -Partikel und die amorphe Glasphase. Der Nadelmullit ist in dieser Aufnahme nur zu erkennen, da

die Nadeln eine deutlich höhere Härte als das sie umgebende Glas aufweisen. Weiterhin sind die großen Al_2O_3 -Partikel sichtbar, die jedoch unterhalb der Oberfläche liegen und in die Glasphase eingebettet sind. Die entstandenen Mullitkristalle sind der Grund für die hohe Thermoschockbeständigkeit der Keramik. Sie verhindern eine Rissausbreitung und ein frühzeitiges Versagen des Bauteils aufgrund der rissanfälligen amorphen Glasphase.

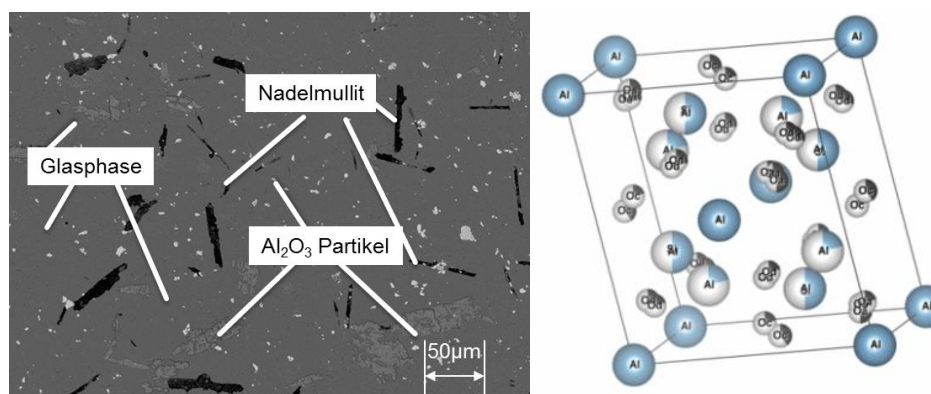


Bild 6.2.3 Mullitkristalle auf Oberfläche und als Kristallstruktur [SHA08]

Diese Erscheinungen treten bei ungesinterter Keramik nicht auf, da hier noch kein Mullit entstanden ist. Einzig die Al_2O_3 -Partikel sind im Vorhinein vorhanden, sowie in gepresster Pulverform Glas und weitere Bestandteile.

Für eine weitere Analyse des Sinterverhaltens bezüglich der Anpassung der Sinterphase an Mikrostrukturen wird im folgenden Abschnitt die Trockenzeit verlängert und der Trockenspiegel vermessen.

6.3. Einfluss der Mikrogeometrie auf das Sinterverhalten

In diesem Abschnitt wird der Einfluss auf die Proben mit einer verlängerten Trockenzeit dahingehend untersucht, inwiefern alle flüchtigen Bestandteile ausgetrieben wurden, oder ob sich weitere Prozesse nach der Trocknungsphase anschließen. Das Bild 6.3.1 zeigt eine Versuchsreihe, bei der die drei Geometrien länger getrocknet wurden. Hierbei wurde untersucht, ob eine Masseänderung nach den ersten 14 Stunden auftritt. Nach 14 Stunden ist der Werkstoff völlig getrocknet und heißt ab nun „weiß“. Da die vorherigen Ergebnisse einen Zusammenhang zwischen dem Punkt der Volumenänderung und der Masseänderung gezeigt haben, wurde sich hier nur auf die Masseänderung und somit das Austreiben von Wasser beschränkt. Zu sehen ist, dass keine signifikante Änderung der Masse durch längeres Trocknen erreicht wird und keine weiteren Versuche zur Analyse des Weißspiegels vorgenommen werden müssen. Die Schwankungen von 1 % sind innerhalb der Toleranzbereiche, lassen keine weiteren Trocknungsprozesse und Formänderungen vermuten und resultieren aus der Messungenauigkeit und der Ablesegenauigkeit. Diese Messungen können zudem als mögliche Einschätzung des Messfehlers der Massebestimmung genutzt werden.

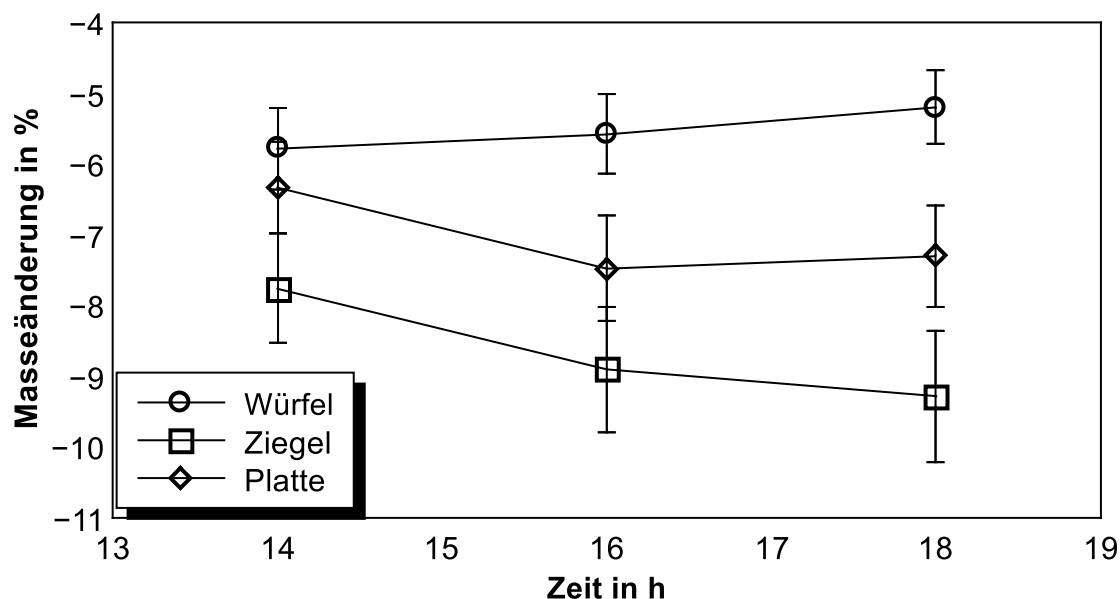


Bild 6.3.1 Masseänderung durch verlängertes Trocknen länger als 14 Stunden

Der sogenannte Weißspiegel gibt die farbliche Änderung des Trocknungsprozesses im Material wieder. Dieser wird in Prozent zur Querschnittsfläche angegeben. Dabei entsprechen 100 % einem Grün-Zustand und 0 % einem völlig getrockneten Zustand (weiß) (Bild 6.3.2). Durch ein schnelleres Trocknen der Keramik können die Standard-Sinterzeiten (Haltezeiten etc.) reduziert werden und so ergibt die Zeitersparnis einen produktiven Vorteil. Je schneller die Keramik getrocknet ist, desto eher können weitere Temperaturbehandlungen folgen. Der Temperaturbereich für die untere Kurve beginnt bei ca. 450 °C, endet ab 6 Stunden bei 650 °C und wird danach konstant gehalten. Die Angaben in der Legende beziehen sich auf das Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis.

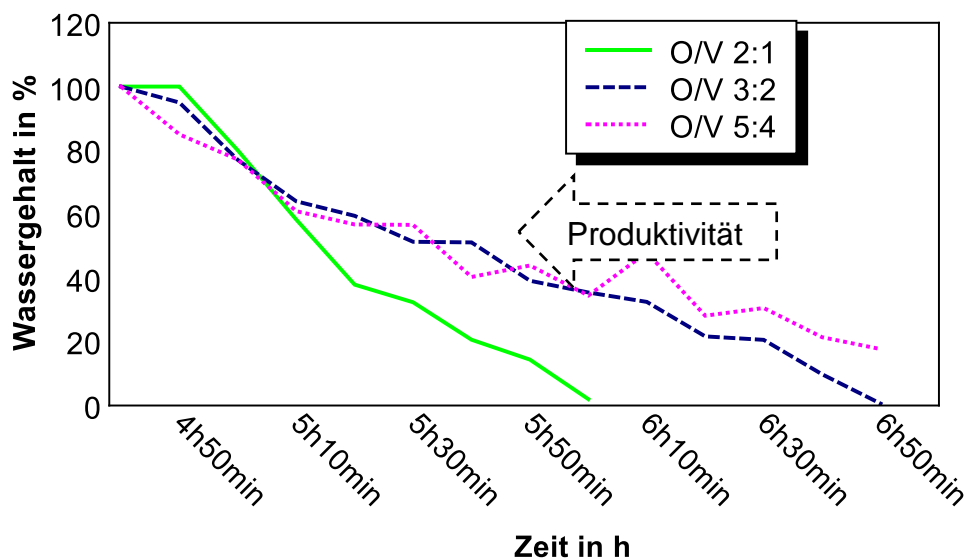


Bild 6.3.2 Zeitlicher Zusammenhang des Trockenspiegels mit dem Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis

Die dargestellte Produktivität bezieht sich auf das Erreichen des vollständig getrockneten Bauteils, je schneller dieser erreicht ist, desto eher können weitere Temperierschritte folgen und die gesamte Sinterzeit wird reduziert.

Zu sehen ist, dass mit Zunahme von Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnisses der Trockenspiegel und somit der Wassergehalt schneller abnimmt. Für diese Versuche wurde die Geometrie eines Würfels mit der Kantenlänge 5 mm, 4 mm und 3 mm genutzt. Im Bild 6.3.3 ist eine Auswahl an mittig aufgeschnittenen Würfeln zu sehen und wie sich mit zunehmender Zeit ein Farbumschlag einstellt, der auf den Verlust des Wassers zurückzuführen ist.

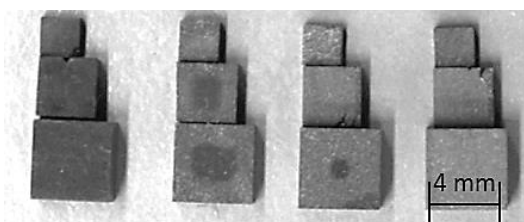


Bild 6.3.3 Verlauf des Weißspiegels für 0–7 Stunden Sinterzeit

Die Detailanalyse zeigt, dass sich mit zunehmender Oberfläche der Trocknungsprozess beschleunigt und sich eine kleinere Volumenänderung einstellt. Die Besonderheit der Mikroproduktion mit großem Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis ist gut geeignet Trocknungs- und Haltezeiten beim Sintern zu reduzieren. Da bei mikrotechnologischen Strukturen größere Oberflächen existieren, sind die Trocknung und ein Durchwärmen deutlich schneller zu erreichen. Sobald sich eine vollständige Trocknung eingestellt hat, ist das gesamte Wasser der grünen Keramik ausgetrieben und ein weiteres Halten bei dieser Temperatur ist nicht notwendig. Im Bild 6.3.3 sind die Zustände zwischen dem Grün- und Weiß-Zustand erkennbar. In diesen Zuständen besitzen die Proben je nach Abstand zur Oberfläche unterschiedliche mechanische Eigenschaften, was bei der Bearbeitung berücksichtigt werden muss. Im folgenden Kapitel sollen die mechanischen Eigenschaften mit den gewählten Trocknungszeitpunkten verknüpft werden, um den Einfluss des Wassergehaltes der Keramik auf den Trennschleifprozess zu untersuchen.

6.4. Verständnis für den Sinterprozess für mikrotechnologische Bauteile

Diese gemessenen Zusammenhänge für Mikrobauerteile aus Pyrophyllit würden bei anderen Werkstoffen wie Aluminiumoxid unweigerlich zu einer unterschiedlichen Masse- und Volumenänderung führen. Werden diese unterschiedlichen Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnisse kombiniert, können die daraus resultierenden inneren Spannungen zu einem Bauteilversagen beitragen. Die vorherigen Abschnitte haben gezeigt, dass Pyrophyllit im Gegensatz zu den meisten anderen Keramiken nicht schwindet, sondern an Volumen zunimmt. Dieser Umstand hat zur Folge, dass bei definierter Geometrie ein Untermaß vorzusehen ist. Die Versuche zeigten jedoch weiterhin, dass nach einer

Trocknungszeit von 14 Stunden bei 650 °C ein Großteil der Volumenänderung stattgefunden hat. Das heißt, strukturierte Mikrobauerteile können im ungebrannten Zustand gefertigt werden, ohne dass innere Spannungen aufgrund des Schrumpfens, wie sonst üblich, zu befürchten sind. Weiterhin zeigten die Untersuchungen, dass eine Vergrößerung des Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnisses einen positiven Effekt auf die Beschleunigung des Trocknungsprozesses und somit die notwendigen Haltezeiten hat.

Die Bauweise der Sinteranlagen ist üblicherweise für großvolumige Halbzeuge gedacht und bietet daher für die Mikroproduktionstechnik den Vorteil einer Batchfertigung von ungesinterten Bauteilen in großen Stückzahlen. Der vorhandene Bauraum ermöglicht ein gleichzeitiges Sintern einer Vielzahl gleicher Komponenten in einem Durchgang. In Bezug auf den reinen Sintervorgang ist festzuhalten, dass eine minimale Volumenänderung nach 14 Stunden Trocknen bei 650 °C noch gegeben ist und die Trocknungszeit bei ansteigendem Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis verringert werden kann. Die fertigungstechnischen Besonderheiten, die für die Mikroproduktion charakteristisch sind, wie z. B. spannungsarmes Aufspannen von Bauteilen im Arbeitsraum, erlauben eine hochpräzise und verformungsfreie Bearbeitung des Pyrophyllits. Das Material ermöglicht sogar den Einsatz kommerzieller Fräs-, Dreh- und Bohrverfahren, zur Formgebung keramischer Mikrokomponenten.

Ein weiterer wichtiger Aspekt für die Optimierung der mechanischen Bearbeitung ist die Kenntnis über die mechanischen Eigenschaften der Keramik in den diversen Zuständen der Trocknung. Das folgende Bild 6.4.1 zeigt zwei Kurven, eine für die Härte der Proben und die andere für den E-Modul in Abhängigkeit von der Temperatur. Beide Kennwerte sind wichtige Eigenschaften in Hinblick auf die mechanische Bearbeitung. Die Härte des Materials beschreibt kurzum den Widerstand, den das Material gegen seine Verformung oder seinen mechanischen Abtrag aufbringt. Der Faktor ist jedoch keine Materialkonstante, sondern abhängig von der Art und Weise, wie dieser mechanische Abtrag erfolgt. Dies wird im Kapitel 7.5 noch einmal aufgegriffen und näher erläutert. Im Folgenden geht es um die Analyse und Bewertung von Härte und E-Modul in Abhängigkeit vom Sinterverlauf. Hierbei wurden an drei Proben jeweils 10 Indents durchgeführt und gemittelt. Für die Darstellungen wurden die Zeitpunkte über den Temperierprozess durch die jeweiligen Temperaturen ersetzt, um so den Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften zu ermitteln. In Bild 6.4.1 ist erkennbar, dass bis zum Ende der Trocknung bei einer Temperatur von 650 °C die Härte und der E-Modul sehr gering bleiben.

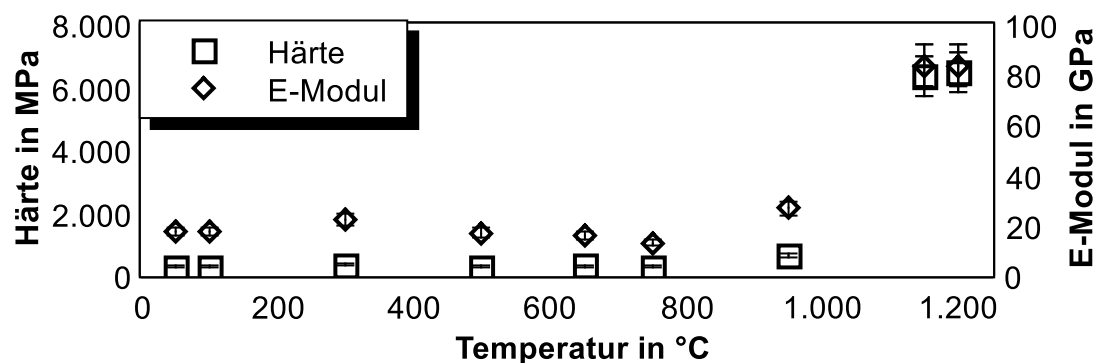


Bild 6.4.1 Verlauf der gemessenen Härte und des E-Moduls in Abhängigkeit von der Temperatur

Erst im finalen Sinterschritt zwischen 1.000 – 1.200 °C tritt eine deutliche Zunahme beider Werte auf. Das Bild 6.4.2 zeigt die über die Querschnittsfläche der aufgetrennten Keramik ermittelten Materialkennwerte. Das Absinken der Kennwerte im nicht getrockneten Bereich ist deutlich zu erkennen. Eine geringe Härte begünstigt eine produktive Fertigung und schont das Werkzeug.

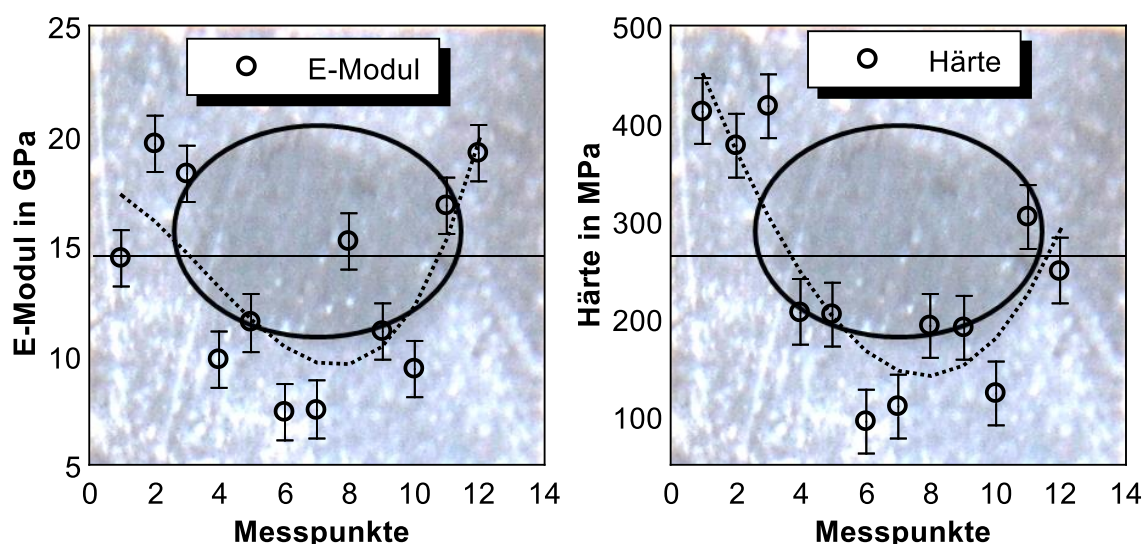


Bild 6.4.2 Verlauf Härte und E-Modul über Probenquerschnitt (teilgetrocknet)

Somit kann festgehalten werden, dass eine mechanische Bearbeitung bis zum Zeitpunkt von 14 Stunden oder „weiß“ ohne eine markante Änderung der mechanischen Eigenschaften des Bauteils durchgeführt werden kann. Dieser stationäre Zustand wird bei kleinen Strukturen eher erreicht. Daher werden diese Zustände nachher in Stufen eingeteilt, um die Zeitunabhängigkeit besser darzustellen. Dies wird in den folgenden Versuchen beim Trennschleifen von Bedeutung sein. Die geringere Härte und der geringere E-Modul in Bereichen mit erhöhtem Wassergehalt (dunkle Färbung) deuten auf den Einfluss des Wassers als Gleitmedium zwischen den silikatischen Schichten der Schichtstruktur dieses Silikates hin [IKA07]. Die zunehmende Trocknung sorgt für einen stärkeren Kontakt der Schichten.

Die beschriebenen Veränderungen während des Sinterns beeinflussen die Eigenschaften der Keramik auch in anderer Weise. Die Entstehung von Mullit durch das Sintern begünstigt die hohe thermische Stabilität der Keramik. Der Nadelmullit sorgt durch seine Form für ein Geflecht an Nadeln, die als Rissstopp fungieren können. Dieser so erreichte mullitverstärkte Werkstoff kann als Multi-Komponenten-Werkstoff oder als faserverstärkte Keramik angesehen werden. Wie im Stand der Technik beschrieben, lassen sich je nach Sinterparametern und durch geringste Änderung der Zusätze in der Rohmasse diese Eigenschaften gezielt variieren.

Das Bild 6.4.3 zeigt eine röntgendiffraktive Aufnahme der gesinterten Proben. Die Mullit-Kristalle sind rot hervorgehoben, blau die reinen Aluminiumoxid-Komponenten und orange der amorphe Bereich des Siliziumdioxids. Die amorphen Bereiche äußern sich in dieser Messung als Verwölbung der Kurve im Anfangsbereich, was zusätzlich für eine ausgeprägte amorphe Phase spricht.

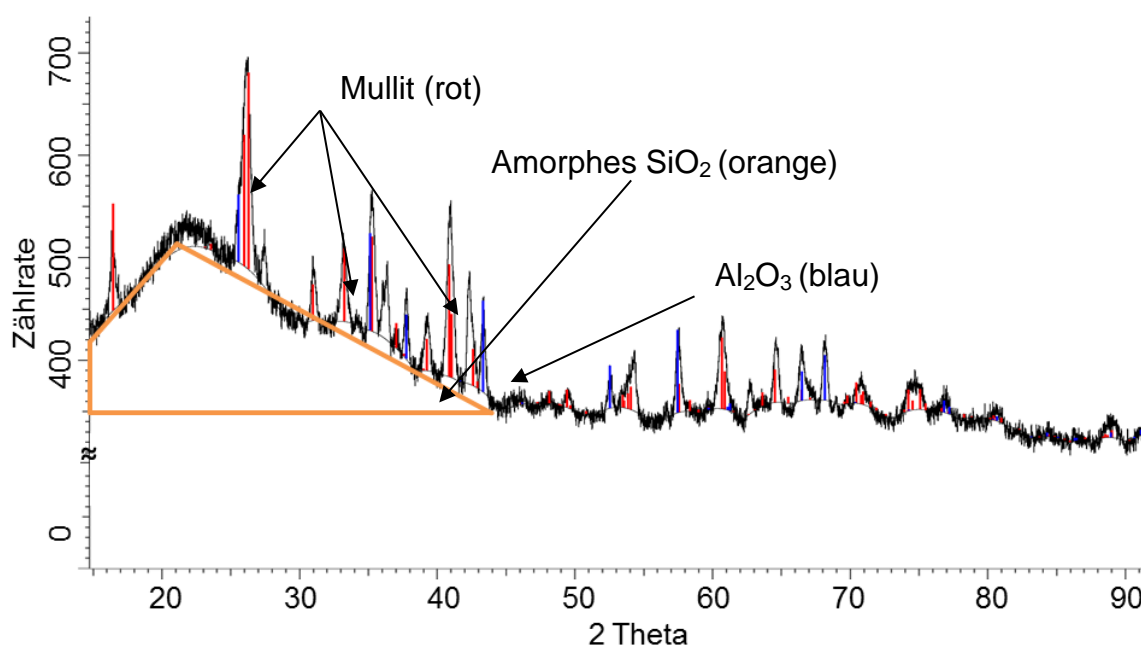


Bild 6.4.3 XRD-Analyse des gesinterten Materials (Institut für Werkstoffkunde)

Tabelle 6.4.1 Mechanische Eigenschaften des Pyrophyllits in drei markanten Zuständen

Eigenschaft	Pyrophyllit grün	Pyrophyllit weiß	Pyrophyllit gesintert
Härte	100 - 200 MPa	250 - 450 MPa	6.000 - 8.000 MPa
E-Modul	10 - 15 GPa	15 - 20 GPa	80 - 85 GPa

Die Daten aus Tabelle 6.4.1 legen zudem den Schluss nahe, dass diese Materialien (ungebranntes, getrocknetes und gesintertes Pyrophyllit) ein sprödes Trennverhalten bei gleichzeitig sehr geringer Härte aufweisen. Für die Einordnung bezüglich der Bearbeitungsbedingungen kann dieser Zustand einer Keramik als spröd-weiches Material bezeichnet werden. Im Vergleich zu mechanisch ähnlichen Materialien wie CdZnTe-Wafern mit einer 3-mal höheren Härte von bis zu 1 GPa [ZHA10] besitzt die ungebrannte Keramik eine sehr geringe Härte. Nach dem finalen Sinterschritt nimmt diese Keramik den bekannten Zustand spröd-hart an. Der gesinterte Zustand erfordert ein erhebliches Maß an Bearbeitungsaufwand. Inwiefern sich der Bearbeitungsaufwand für spröd-weiche Materialien quantifizieren lässt, wird im nächsten Kapitel beschrieben.

7. Mechanische Bearbeitung von ungebrannter Keramik

Dieses Kapitel widmet sich der Strukturierung, dem Verschleiß des Werkzeugs und der erreichbaren Bearbeitungsqualität beim Trennschleifen. Mittels Trennschleifen soll der ungesinterten Keramik eine definierte Geometrie oder Endkontur gegeben werden. Es sollen Bearbeitungsstrategien erarbeitet werden, wie mit sehr spröden, weichen Materialien umgegangen werden kann und wie sich dieser Werkstückzustand zur Präzisionsbearbeitung eignet.

7.1. Entwicklung eines Trennschleifprozesses für ungebrannte Keramiken

Das Trennschleifen ist bestens geeignet für die Bearbeitung spröde-harter Materialien. Mit diesem Verfahren lassen sich schwer zu zerspanende Werkstoffe hochpräzise strukturieren. In den durchgeführten Versuchen werden metallgebundene Trennschleifblätter genutzt. Aufgrund des Preises von bis zu 200 € pro Metalltrennschleifblatt müssen diese so lange wie möglich genutzt werden. Der jetzige Einsatz dieser Trennschleifblätter beschränkt sich hauptsächlich auf das Trennen von Silizium, wie es in der Mikroproduktionstechnik und dem Back-End Prozess der Mikroelektronik Anwendung findet. Hier werden dünnste Trennschleifblätter (15 – 50 µm Dicke) genutzt, um Silizium-Substrate zu vereinzeln. Die in dieser Arbeit aufgezeigte Anwendung erweitert das Anwendungsfeld auf keramische Materialien, die sonst nur mit kunststoffgebundenen Trennschleifblättern produktiv bearbeitet werden können. Zur Vereinfachung und Anwendbarkeit auf unterschiedliche Mikrostrukturen werden die Ergebnisse zu diesen Zeitpunkten jeweiligen zugeordnet (Tabelle 7.1.1).

Tabelle 7.1.1 Zuordnung der zeitlich thermischen Behandlung

Zustand	Charakteristik
S 1	Thermisch unbehandelt, Rohform, Zuschnitt für Versuche
S 2	6 Stunden erwärmt auf 650 °C, teilgetrocknet, je nach Größe können im Bauteil noch Reste des Zwischenschichtwassers gespeichert sein
S 3	Zwischenstufe im stationären Trocknungsintervall des Brennvorganges (650 °C)
S 4	Vollständige Trocknung laut Herstellerangaben (650 °C), je nach Größe können im Bauteil noch Reste des Zwischenschichtwassers vorhanden sein (in diesen Versuchen nicht vorgekommen)
S 5	Vollständiges Sintern der Keramik bei 1.150 °C mit anschließendem Abkühlen bis auf Raumtemperatur

Durch die gewonnenen Erkenntnisse aus dem vorhergehenden Kapitel werden gezielt Proben hergestellt, welche unterschiedliche Eigenschaften zu den Zeitpunkten nach 0, 6, 10, 14 und 20 Stunden der Temperaturbehandlung zum Sintern haben.

Als Ziel sollen die erreichbaren Qualitäten und die dazu benötigten Prozessparameter ermittelt werden, um das Material im jeweiligen Sinterzustand der Keramik optimal zu bearbeiten. Im ersten Schritt wurde ein Design of Experiments durchgeführt, um geeignete Parameterräume für die Bearbeitung zu bestimmen. Als Eingangsgrößen wurden Trennschleifblattkörnung, Vorschubgeschwindigkeit und Schnittgeschwindigkeit ausgewählt (Tabelle 7.1.2).

Tabelle 7.1.2 Erste Vorversuche, Parameterraum abstecken

Maschinenparameter	Wert
Vorschubgeschwindigkeit v_f	0,5 – 10 mm/s
Schnittgeschwindigkeit v_c	29 m/s, 58 m/s
Arbeitseingriff a_e	0,8 mm
Diamantkörnung d_{sk}	5, 15, 30, 45 μm
Kühlmittelstrom q	0,5 l/min

Diese drei variablen Faktoren (Vorschubgeschwindigkeit, Schnittgeschwindigkeit und Körnung) bestimmen hauptsächlich die Qualität und die Produktivität. Um eine Eingrenzung auf eine geeignete Auswahl der Trennschleifblätter vorzunehmen, wurden Vorversuche durchgeführt. Mit diesen ersten Parametern aus der obigen Tabelle wurden grundsätzliche Bearbeitungsgrenzen erarbeitet. Hier zeigte sich, dass die Diamantkörnung bis 15 μm ein qualitativ gutes Schnittergebnis im Trennschnitt mit Kühlung ermöglicht. Ohne Kühlung traten vermehrt Überhitzung und überproportionaler Verschleiß auf. Diese Vorversuche dienen zum Eingrenzen des Prozessfensters für die folgenden detaillierten Versuche mittels DoE. Hierbei zeigten sich nickelgebundene Trennschleifblätter der Korngrößen 5 – 15 μm als vielversprechende Auswahl. In den folgenden Versuchen wurden die Korngrößen auf 5 μm , 9 μm und 15 μm festgelegt. Die Vorschubgeschwindigkeit und die Schnittgeschwindigkeit wurden entsprechend der Vorversuche angepasst. Für die Experimente wurde ein DoE-Programm mit einer vollen Faktorenanalyse konzipiert. Diese Parameter (Tabelle 7.1.3) wurden für die Bearbeitung der Keramik in den Zuständen von S1–5 des Sinterns getestet.

Tabelle 7.1.3 Eingangsgrößen DoE Trennschleifen

Maschinenparameter	Wert
Vorschubgeschwindigkeit v_f	0,5 mm/s, 1 mm/s und 5 mm/s
Schnittgeschwindigkeit v_c	29 m/s und 58 m/s
Arbeitseingriff a_e	0,8 mm
Schnittbreite a_p	0,1 mm
Kühlmittelstrom q	0,5 l/min
Diamantkörnung d_{sk}	5 μm , 9 μm und 15 μm

Als Ergebnis des DoEs wurden die Rauheit der Substratseitenwand, der Flankenwinkel und das Chipping an der Oberseite ausgewertet, was eine qualitative Aussage über den Trennschleifprozess zulässt. Das Chipping und die Rauheit sollten so gering wie möglich sein. Es ergaben sich zum Teil mehr als ein Parametersatz für die optimale Qualität des Schnittergebnisses. Um dennoch eine Auswahl für die beste Bearbeitung zu treffen, wurde die Verschleißanalyse hinzugezogen.

In diesen Versuchen ergab der gesinterte Zustand eine starke Abnutzung des Trennschleifblattes. Es konnten nicht alle Versuche mit den Parametern des DoEs ausgeführt werden, da diese zu Trennschleifblattversagen geführt haben.

Hieraus lässt sich der Schluss ziehen, dass beim Trennschleifen der ungesinterte Zustand zu bevorzugen ist und dass nur geringe Unterschiede zwischen unbehandelter und getrockneter Keramik vorhanden sind. Die folgenden Tabellen zeigen das Resultat der Analyse. Im Folgenden werden die Auswertekriterien zu den Ergebnissen des DoEs erläutert. Es werden drei Kriterien zu jedem Parametersatz ausgewertet. Diese sind der Öffnungswinkel zwischen Oberseite und Schnittflanke, die Rauheit R_a und R_z der Schnittflanke und das Chipping am Übergang von Schnittflanke zu Oberseite. Alle vier Kriterien dienen als Anhaltspunkt für eine qualitative Bewertung des Prozesses. Je geringer die Werte sind, desto höher ist die Qualität des Schnittes. Der Öffnungswinkel wird in Grad angegeben, die Rauheit R_a und R_z in μm und das Chipping als Abweichung in μm zwischen Soll- und Ist-Schnittbreite.

Um nun den Einfluss der Eingangsgrößen zu verstehen, werden die Eingangsgrößen mit den Auswertekriterien verknüpft. Dies wird durch eine prozentuale Gewichtung dargestellt. Somit gibt die folgende Tabelle den Prozentanteil der Variation der Eingangsgröße und den Einfluss auf die

Ausgangsgröße an. Als Beispiel wird folgender Zusammenhang gewählt: Die Änderung der Vorschubgeschwindigkeit v_f wirkt sich zu 5 % auf den Öffnungswinkel, jedoch zu 17 % auf die Rauheit R_z aus. Jede Eingangsgröße besitzt einen Anteil der erreichbaren 100 %. Je näher die Summe aller Eingangsgrößen an die 100 % heranreicht (Verhältnis von Zwischensumme zum Rest), desto besser kann der Prozess durch die gewählten Eingangsgrößen beschrieben werden. Im Bild 7.1.1 sind die beiden Auswerteprinzipien zur Bestimmung des Öffnungswinkels und des Chippings zu sehen. Der Öffnungswinkel (in Bild 7.1.1 a) gibt die Abweichung von der senkrechten Flanke an. Je mehr sich der Winkel 90° annähert, desto besser ist der Schnitt. Verursacht wird der Winkel durch die Verformung des Trennschleifblattes beim Eingriff. Auf der rechten Seite im Bild 7.1.1 b) sieht man das Vorgehen für die Auswertung zum Chipping. Hierbei ist der Unterschied zwischen idealer Schnittbreite und realer mittlerer Schnittbreite entscheidend. Je geringer dieser ist, desto geringer kann das Chipping angesehen werden. Das folgende Beispiel soll die optische Auswertung kurz erläutern.

a) Öffnungswinkel

b) Chipping

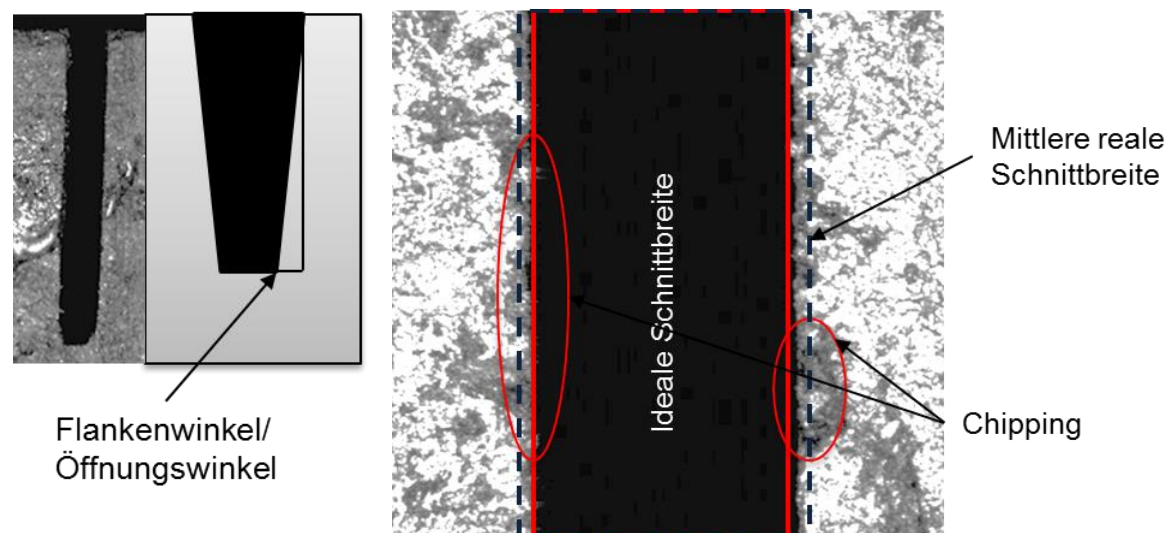


Bild 7.1.1 Prinzipbild zur Messung des Öffnungswinkels und des Chippings

Das Bild 7.1.2 zeigt auf der linken Seite die Draufsicht auf einen Schlitzspalt und rechts die Querschnittsansicht einer unbehandelten Keramikprobe. Zu sehen ist links der Unterschied beider Kanten durch prozessbedingtes Chipping. Rechts erläutert ist das Kriterium des Öffnungswinkels. Hierbei wird im unteren und oberen Drittel der Schnittspur der Abstand beider Seiten gemessen.

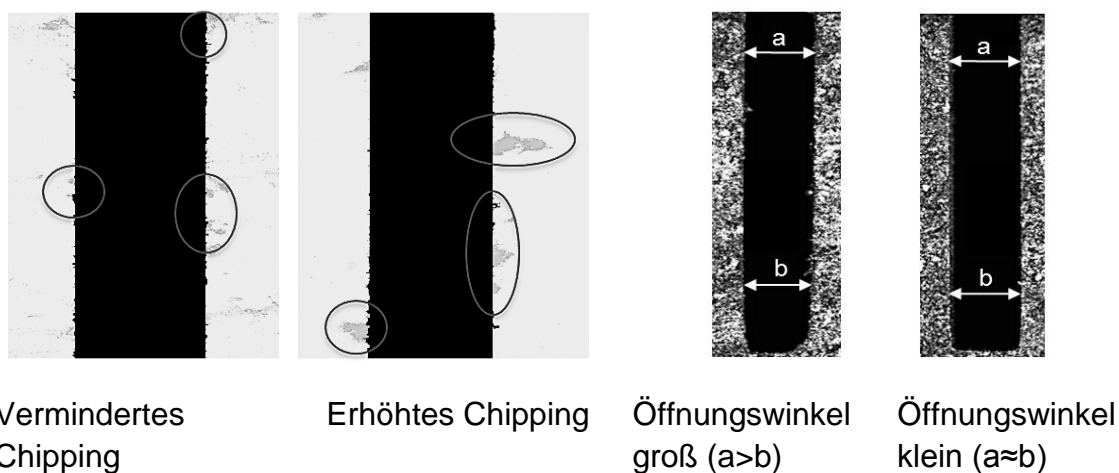


Bild 7.1.2 Optische Auswertekriterien Chipping und Öffnungswinkel für die Bewertung der Schnittergebnisse

Um einen Einfluss des Chippings auf die Messung des Öffnungswinkels zu vermeiden, wird nicht der direkte Abstand am obersten Punkt genutzt. Der Einfluss des Radius des Trennschleifblattes am Schnittgrund sollte durch eine Messung etwas oberhalb der Grundzone minimiert werden. Das somit aufgestellte Prozessmodell ist im folgenden Bild 7.1.3 dargestellt. Nicht erfasste Störgrößen können z. B. die Materialinhomogenität der Keramik, Vibrationen der Anlage während des Trennschleifens und der mechanischer Abtrag durch das Kühlmedium sein.

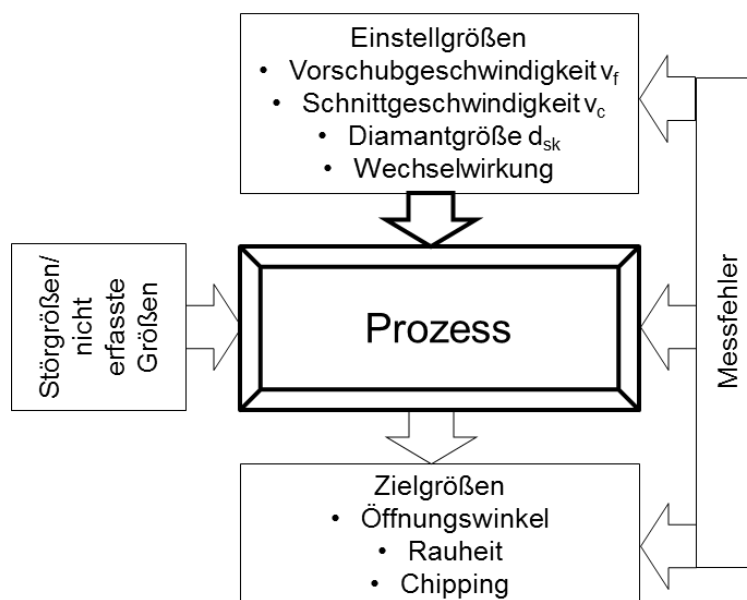


Bild 7.1.3 Prozessmodell des Design of Experiments

In den nun folgenden Tabellen ist zu sehen, wie groß der jeweilige Einfluss in Prozent der Eingangsgröße ist und wie zuverlässig die Aussagen der gewählten Parameter auf das Ergebnis sind. Je größer der prozentuale Restanteil nach der Auswertung ist, desto größer sind die Abweichungen und die Störeinflüsse von

nicht erfassten Größen. Fett markiert sind hierbei die Werte, die einen überdurchschnittlichen Einfluss auf die erzielbare Qualität haben.

Tabelle 7.1.4 S1 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	5 %	9 %	17 %	<5 %
v_c	6 %	9 %	<5 %	8 %
d_{sk}	18 %	7 %	5 %	37 %
v_f+d_{sk}	10 %	5 %	6 %	<5 %
v_c+d_{sk}	8 %	8 %	9 %	15 %
v_f+v_c	<5 %	10 %	13 %	11 %
Zwischensumme	52 %	48 %	55 %	81 %
Rest	48 %	52 %	45 %	19 %

Der Tabelle 7.1.4 ist zu entnehmen, dass, abgesehen vom Chipping, das Verhalten der Ausgangsgröße nur zum Teil erfasst werden konnte. Grün markiert sind die zusätzlichen Parametersätze, die laut der Auswertung ein vergleichbar gutes Schnittergebnis erzielen. Als bester Parametersatz wird derjenige gewählt, der mit höherer Häufigkeit ein gutes Ergebnis erbracht hat (Tabelle 7.1.5).

Tabelle 7.1.5 Bester Parametersatz für S1

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	1 mm/s	0,5 (1) mm/s	0,5 (1; 0,5) mm/s	0,5 (5) mm/s
v_c	58 m/s	29 (58) m/s	29 (58; 29) m/s	29 (58) m/s
d_{sk}	5 μm	9 (9) μm	9 (9; 5) μm	9 (9) μm
Bester Parametersatz für die Verschleißuntersuchungen: $v_f = 1 \text{ mm/s}$, $v_c = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 (9) \mu\text{m}$				

Für die Bearbeitung der unbehandelten Keramik wurden höhere Schnittgeschwindigkeiten bevorzugt und der Vorschub sollte nicht zu hoch gewählt werden.

Tabelle 7.1.6 S2 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	7 %	37 %	27 %	<5 %
v_c	<5 %	<5 %	<5 %	<5 %
d_{sk}	36 %	19 %	13 %	54 %
$v_f + d_{sk}$	21 %	13 %	20 %	5 %
$v_c + d_{sk}$	<5 %	<5 %	6 %	11 %
$v_f + v_c$	<5 %	<5 %	<5 %	<5 %
Zwischensumme	64 %	84 %	76 %	85 %
Rest	36 %	16 %	24 %	15 %

Die Restsumme in Tabelle 7.1.6 ist relativ gering und ein optimaler Parametersatz kann gefunden werden. Die Vorschubgeschwindigkeit und die Diamantgröße haben deutlichen Einfluss auf die erreichbare Schnittqualität. Mit diesen Stellgrößen lässt sich der Parametersatz wie folgt definieren (Tabelle 7.1.7).

Tabelle 7.1.7 Bester Parametersatz für S2

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	1 (0,5; 5) mm/s	1 mm/s	1 mm/s	0,5 (1) mm/s
v_c	29 (58; 58) m/s	29 (29) m/s	29 (29) m/s	29 (29) m/s
d_{sk}	9 (5; 9) μm	5 (9) μm	5 (9) μm	9 (9) μm
Bester Parametersatz für die Verschleißuntersuchungen: $v_f = 1 \text{ mm/s}$, $v_c = 29 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \mu\text{m}$				

In dieser Auswertung ist zu sehen, dass eine geringere Schnittgeschwindigkeit und eine Diamantgröße von 9 μm zu bevorzugen sind. Dies hat zum einen mit der geringeren Stabilität der getrockneten Keramik zu tun und zum anderen mit der erhöhten Bruchempfindlichkeit beim Trennschleifen. Diese führt bei kleinen Diamanten zu vermehrtem Ausbrechen an den Flanken und zu zusätzlicher

Überhitzung bei der Bearbeitung, da die ungebrannte Keramik sehr porös ist und einen Teil des Kühlwassers temporär aufnimmt.

Tabelle 7.1.8 S3 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	25 %	19 %	18 %	7 %
v_c	6 %	<5 %	<5 %	<5 %
d_{sk}	17 %	18 %	18 %	37 %
$v_f + d_{sk}$	10 %	10 %	10 %	7 %
$v_c + d_{sk}$	<5 %	7 %	<5 %	20 %
$v_f + v_c$	18 %	15 %	15 %	<5 %
Zwischensumme	81 %	74 %	71 %	81 %
Rest	19 %	26 %	29 %	19 %

Auch diese Auswertung (Tabelle 7.1.8) zeigt eine Analyse der Prozesse beim Trennschleifen in diesem Zustand. Die Restsumme ist relativ gering und die Tabelle für ein geeignetes Prozessfenster sieht wie folgt aus (Tabelle 7.1.9).

Tabelle 7.1.9 Bester Parametersatz für S3

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	1 (0,5; 5) mm/s	1 (1; 1) mm/s	1 (1; 1) mm/s	0,5 (5) mm/s
v_c	29 (58; 58) m/s	58 (29; 29) m/s	58 (29; 58) m/s	29 (29) m/s
d_{sk}	9 (5; 5) μm	5 (9; 5) μm	5 (9; 5) μm	5 (5) μm
Bester Parametersatz für die Verschleißuntersuchungen: $v_f = 1 (0,5; 5) \text{ mm/s}$, $v_c = 29 (58; 29) \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 (5) \mu\text{m}$				

Hier erweisen sich gleich mehrere Parameter als geeignet, einen hochqualitativen Prozess zu ermöglichen. Hierbei sind sogar hochproduktive Prozesse mit Vorschubgeschwindigkeiten von bis zu 5 mm/s möglich, die ein akzeptables Chipping und einen geringen Öffnungswinkel haben. Dies zeigt, dass ein breites Feld von Parametern für die Stufe S3 möglich ist, der

Trennprozess sehr stabil über einen großen Parameterraum verläuft und unempfindlich gegenüber Störeinflüssen wird. Weiterhin tritt hier die Schnittgeschwindigkeit mehr in den Fokus und wirkt sich auf das Chipping und in Kombination mit dem Vorschub auf die erreichbare Seitenwandrauheit aus.

Tabelle 7.1.10 S4 Einfluss der Eingangsgrößen beim Trennschleifen auf die Zielgrößen

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	<5 %	10 %	10 %	6 %
v_c	6 %	<5 %	<5 %	7 %
d_{sk}	23 %	<5 %	<5 %	43 %
$v_f + d_{sk}$	9 %	22 %	21 %	13 %
$v_c + d_{sk}$	<5 %	8 %	10 %	7 %
$v_f + v_c$	6 %	18 %	21 %	<5 %
Zwischensumme	54 %	68 %	72 %	81 %
Rest	46 %	32 %	28 %	19 %

Die Tabelle 7.1.10 zeigt ein ähnliches Prozessverhalten wie die Proben S3. Der Öffnungswinkel kann mit den gewählten Parametern und der Auswertung nicht vollständig beschrieben werden, da Eingangsgrößen die Ausgangsgrößen nicht komplett abbilden können. Dies ist auf einen gesteigerten Trocknungszustand und eine erhöhte Porosität zurückzuführen. Hier spielt die Instabilität der Keramik eine zunehmend bedeutendere Rolle (Tabelle 7.1.11).

Tabelle 7.1.11 Bester Parametersatz für S4

	Öffnungswinkel	Rauheit R_a	Rauheit R_z	Chipping
v_f	1 mm/s	1 mm/s	1 mm/s	1 (5) mm/s
v_c	29 m/s	58 (29) m/s	58 (29) m/s	29 (58) m/s
d_{sk}	9 μ m	5 (9) μ m	5 (9) μ m	5 (5) μ m
Bester Parametersatz für die Verschleißuntersuchungen: $v_f = 1 \text{ mm/s}$, $v_c = 29 (58) \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 (9) \mu\text{m}$				

Eine Analyse dieser Versuche (S4) zeigt, dass auch hier eine Mehrzahl von Parametern nutzbar ist, um einen guten Prozess zu ermöglichen. Begrenzend sind hier jedoch die Instabilität des Materials und die Strukturgenauigkeit.

Zusammenfassend lässt dies eine erste Aussage zu, dass die mechanische Bearbeitung mit kleinem Diamanten und somit kleineren Strukturgrößen für ungebrannte Keramik möglich ist. Die Schleifscheiben können dünner sein und mit kleineren Diamanten besetzt werden. Die Begrenzung der Keramikbearbeitung auf größere Diamantkörnung kann so umgangen werden. Die Resultate der gebrannten Keramiken wurden ausschließlich mit Diamantkörnungen von 30 μm und 45 μm erzielt, da kleinere Korngrößen zu übermäßigem Blattverschleiß neigen. Aufgrund der größeren Diamanten und der damit verbundenen breiteren Schleifblätter lassen sich die eingebrachten Strukturen nicht wie bei dünnen Schleifscheiben mit kleineren Diamanten reduzieren. Damit haben die Substrate einen höheren Verschnitt (zu trennende Materialmenge) beim Trennen der Chips. Das Chipping der Keramik im Zustand S1–4 konnte für die besten Parameter sehr gering gehalten werden und der Öffnungswinkel der Flanken betrug weniger als $0,5^\circ$. Es zeigte sich, dass grüne und weiße Pyrophyllitkeramik sehr gut mit geringer Schnittgeschwindigkeit bearbeitet wird und trotzdem qualitativ gute Ergebnisse erzeugen kann. Trennschleifmaschinen mit hohen Drehzahlen sind auch bei gesteigerten Vorschubgeschwindigkeiten nur bedingt nötig. Üblicherweise sollen so die Kräfte und somit der Verschleiß reduziert werden, was im vorliegenden Fall von reduzierter Bedeutung ist. Im nächsten Kapitel sollen zur Vertiefung des Prozessverständnisses die Kräfte während des Trennschleifens ermittelt werden.

7.2. Ermittlung der Prozesskräfte beim Trennschleifen

In diesem Kapitel wird ein wichtiger Einflussfaktor für die vorhergehenden Trennschleifversuche und die nachfolgenden Verschleißanalysen betrachtet. Im Bild 7.2.1 links ist der Messaufbau mit den Proben zu sehen, die auf einer Kraftmessplattform der Firma Kistler montiert sind, und rechts eine Aufnahme während des Schleifprozesses, bei dem der Flansch in ein Schrumpfwerkzeug gespannt wird.

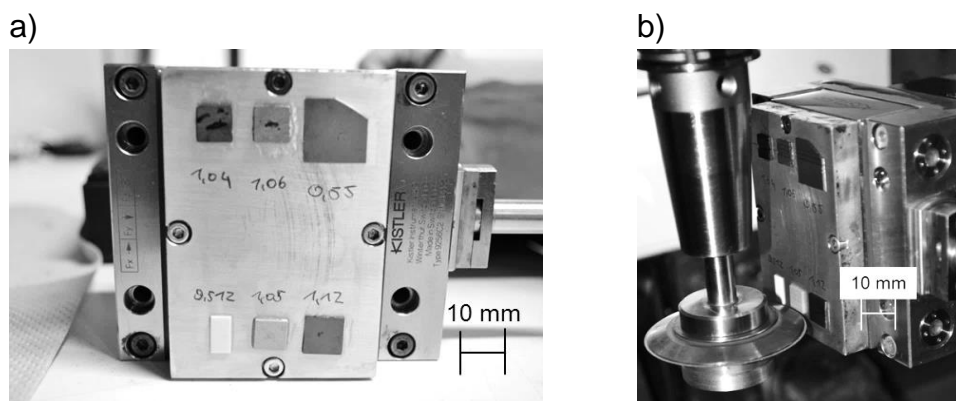


Bild 7.2.1 Werkstück a) und Werkzeug b) für Kraftmessungen

Es wird der Versuch unternommen, die Trennschleifkräfte zu quantifizieren, um so eine Aussage über den möglichen Verschleiß am Diamanten treffen zu können. Der Versuch wurde mit Unterstützung des Instituts für Fertigungstechnik und Werkzeugmaschinen der LUH (Prof. Denkena) durchgeführt. Es wurde ein kommerzieller Flansch in ein Bearbeitungszentrum verbaut. Mittels dieses Aufbaus konnten nun für ausgesuchte Parameter die Kräfte in drei Achsen gemessen werden. Aufgrund der Unwucht des Flansches war es nur möglich, Schnittgeschwindigkeiten von 14 m/s zu erzeugen. Höhere Schnittgeschwindigkeiten hätten die Zerstörung des Versuchsaufbaues zur Folge gehabt. Es wurden Trennschleifblätter mit diversen Diamantgrößen bei definierter Trennschleifblattdicke und Bindung untersucht. Als Blattdicke wurden 100 μm gewählt und die Bindung war Nickel. Die Abkürzungen in Bild 7.2.2 rechts bedeuten am ersten Beispiel 4–9nif, 100 μm Dicke, 9 μm große Diamanten und „nickel full“-Bindung (volle Diamantkonzentration). Die gesinterten Werkstoffe (Siliziumkarbid, Pyrophyllit „gesintert“ und Aluminiumoxid) wurden zusätzlich mit unterschiedlichen Eingriffstiefen von 0,5 bis 1 mm untersucht. Dies dient zur Ermittlung des Einflusses der Schnitttiefe auf die Kraft und soll eine Rückrechnung auf eine einheitliche Vergleichsschnitttiefe aller Proben ermöglichen.

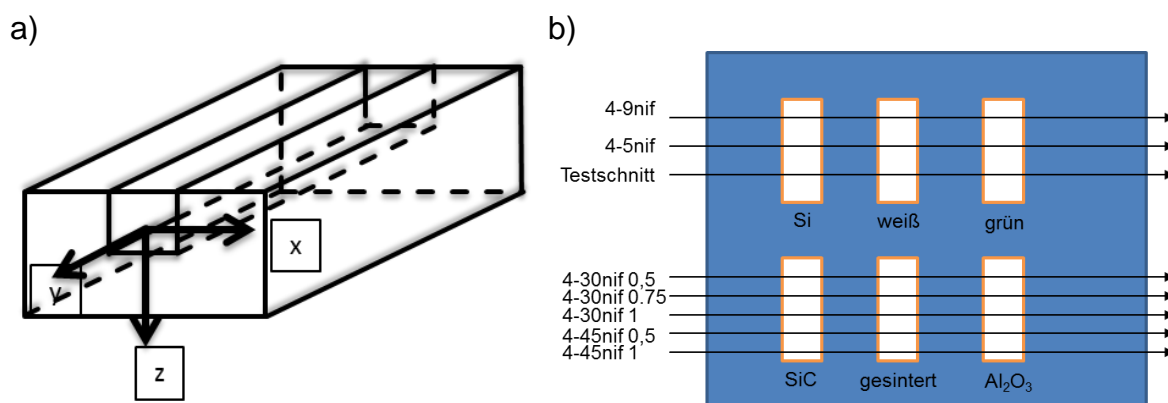


Bild 7.2.2 Messaufbau für die Kraftmessungen beim Trennschleifen

Für diese Messungen wurden die Kräfte in den Krafrichtungen Y (Tangentialkraft) und Z (Normalkraft) aufgenommen. Exemplarisch ist im Bild 7.2.3 die erste Schnittspur während der Kraftmessung dargestellt. Zu sehen ist, dass die Kräfte im Bereich des Siliziums höher sind als bei der getrockneten (weiß, S2–4) und der ungesinterten (grün, S1) Keramik. Die Y-Kraftkomponente ist zusätzlich durch das Kühlwasser beeinflusst. Dies muss durch vorheriges Überfahren der Proben ohne Eingriff gemessen und als Offset herausgerechnet werden. Nur durch Filterung der Kurve für die spezifischen Bereiche lässt sich ansatzweise eine Kraftmessung durchführen.

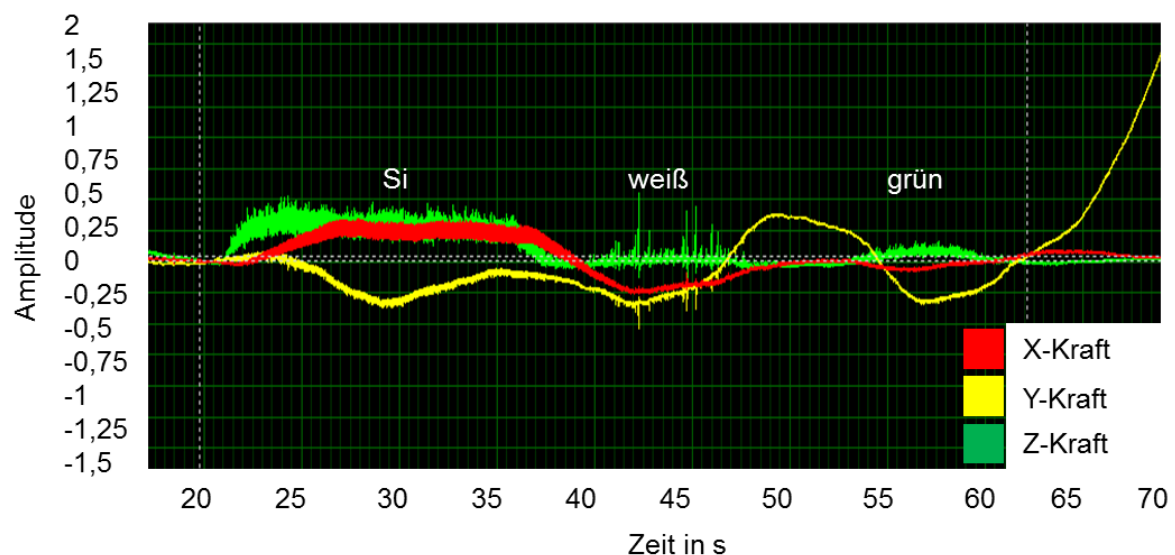


Bild 7.2.3 Gesamtschnittverlauf durch Silizium: weiß (S2–4) und grün (S1)

Besonders der Unterschied zwischen getrockneter und unbehandelter Keramik zeigt, dass dort Kraftspitzen beim Trennschleifen entstehen. Diese werden auf die Al_2O_3 -Partikel in der keramischen Masse zurückgeführt und lassen sich, im Gegensatz zum unbehandelten Material, nicht mehr einfach trennen oder in den weichen organischen Binder verschieben. Sie setzen dem Werkzeug einen kurzzeitig erhöhten Trennwiderstand entgegen. Die unbehandelte Keramik sollte sich also in den folgenden Verschleißversuchen als vorteilhafter zeigen.

In Bild 7.2.4 ist eine Detailansicht des Kraftverlaufes in Silizium zu sehen. Eine gleichmäßige Ausprägung der Z-Kraftkomponente ist zu erkennen. Die Y-Komponente zeigt einen deutlichen Einfluss durch das Kühlwasser. Weiterhin ist charakteristisch, dass die Z-Kraft als erstes ansteigt, bevor die beiden anderen Komponenten mit zunehmendem Eintauchen des Trennschleifblattes in das Material ansteigen.

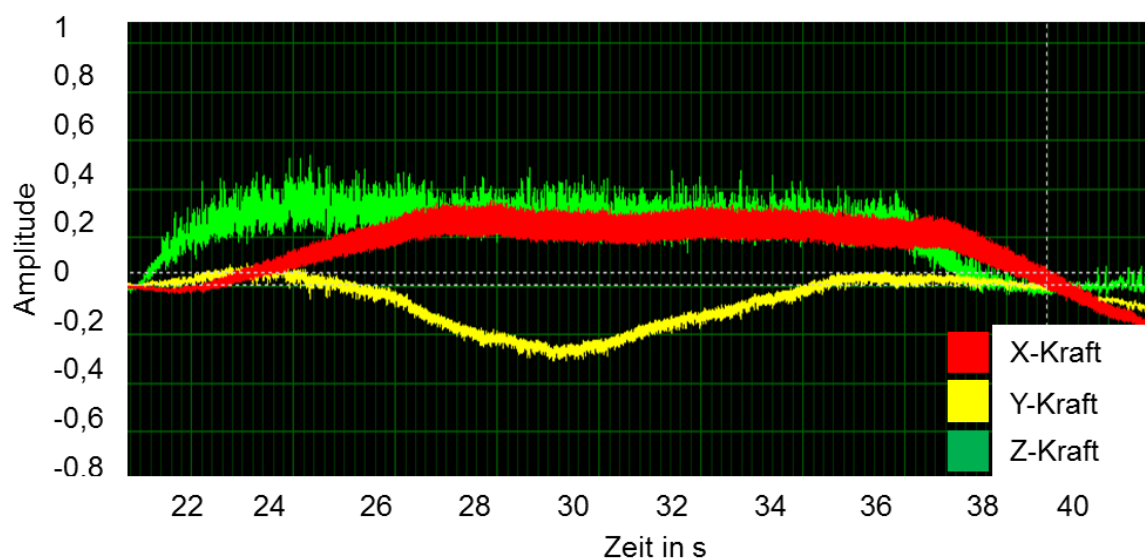


Bild 7.2.4 Detailansicht für Silizium

Im Bild 7.2.5 ist ebenso ein deutlicher, nicht konstanter Kraftverlauf der Z-Kraftkomponente zu sehen, der sich zudem auch in der Y-Komponente finden lässt und sich nur gering in der X-Komponente zeigt. Inwiefern sich Rückschlüsse aus diesen Messungen auf ein mögliches Verschleißverhalten beim Trennschleifen auswirken, wird in Kapitel 7.3 diskutiert.

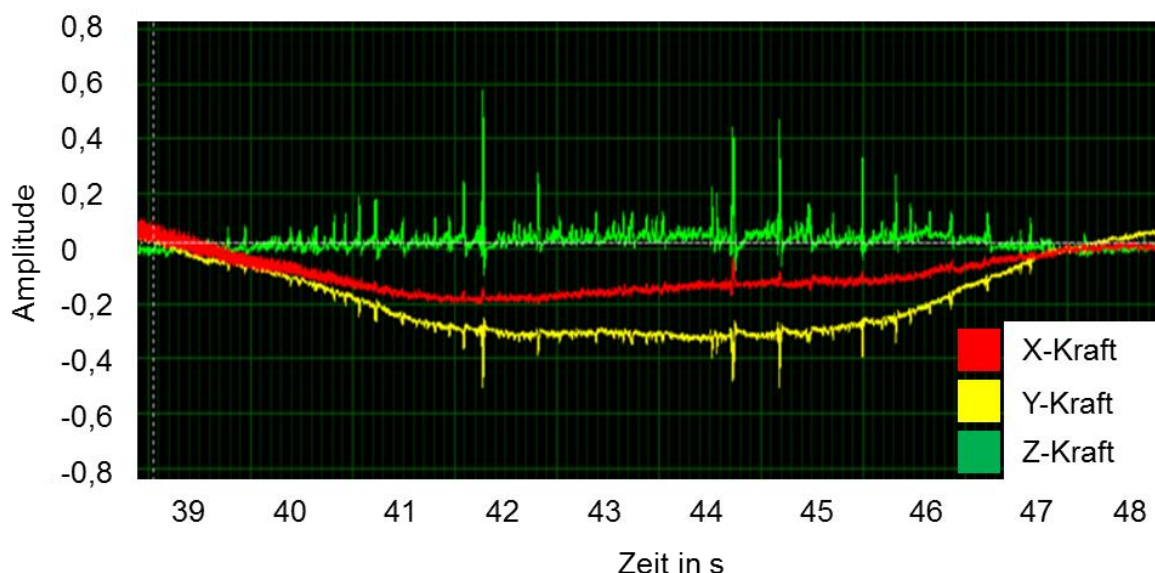


Bild 7.2.5 Detailansicht Pyrophyllit weiß S4

In der folgenden Tabelle 7.2.1 sind die resultierenden Kräfte eingetragen. Aufgrund der unterschiedlichen Schnitttiefe wurde ein Messwert für 0,5 mm Schnitttiefe errechnet. Dies ermöglicht einen Vergleich der Schnittkräfte und Normalkräfte beim Trennschleifen. Um eine Vergleichbarkeit der gemessenen Kräfte in den verschiedenen Trocknungsstadien der Keramik zu erreichen, wurde Silizium als einfach zu bearbeitendes Material mit geringem Verschleiß für den Vergleich mit getrockneter und unbehandelter Keramik ausgewählt. Zum Vergleich mit der gebrannten Keramik wurden hingegen hoch-abrasive Werkstoffe herangezogen. Diese bestehen aus gesinterten 99,9 % Aluminiumoxid und gesintertem Siliziumkarbid. Diese Einteilung hat prozesstechnische Hintergründe: Weiche, verschleißarme Werkstoffe können mit kleinen Diamanten (1-9 μm) sehr gut vereinzelt werden, wohingegen hochfeste Werkstoffe größere Diamanten zur Bearbeitung erforderlich machen (15-45 μm , Bearbeitungsrichtlinien des Schleifscheibenherstellers). Die folgenden Ergebnisse wurden mit 5 μm großen Diamanten durchgeführt.

Aus der Tabelle 7.2.1 ist zu entnehmen, dass bei normierter Schnitttiefe und Filterung des Kühlwassereinflusses die Kräfte beim Trennen von Silizium höher sind als bei den beiden Trocknungszuständen der Keramik. Im Besonderen wird auf den Zusammenhang zwischen der Z-Komponente im getrockneten und grünen Zustand hingewiesen. Wie beschrieben, ist die Keramik im getrockneten Zustand nahezu wasserfrei.

Tabelle 7.2.1 Vergleich normierter Kräfte in N mit 5 µm großen Diamanten

	Si	S4	S1
X	1,066084	0,205527	0,082899
Y	0,86297	0,459162	0,455007
Z	1,96909	0,575891	0,149316

Es ist somit festzuhalten, dass im getrockneten Zustand die Auswirkungen der Aluminiumoxidpartikel in der Keramik zunehmen.

Um den Einfluss der Diamantgröße auf das Ergebnis der Versuche zu sehen, wurden diese Versuche mit einem Trennschleifblatt mit 9 µm großen Diamanten wiederholt. Hier zeigt sich, dass sich die wirkenden Kräfte deutlich verringern (Tabelle 7.2.2).

Tabelle 7.2.2 Vergleich normierter Kräfte in N mit 9 µm großen Diamanten

	Si	S4	S1
X	0,282609	0,132638	0,143051
Y	0,439008	0,746898	0,414008
Z	0,678709	0,096558	0,059726

Dies wird auf die größeren Abstände der Diamanten, die wirkende Fläche zwischen Trennschleifblatt und Werkstück sowie die Einzelkräfte am Korn zurückgeführt. Eine deutliche Reduzierung der gesamt wirkenden Kräfte ist die Folge.

Diese Versuche wurden, für gesinterte Werkstoffe, mit angepassten Parametern durchgeführt. Es wurden Diamantgrößen von 30 µm genutzt, die Vorschubgeschwindigkeit wurde auf 0,5 mm/s begrenzt. Nur so konnte ein geringer Verschleiß des Trennschleifblattes gewährleistet werden. Ein zu hoher Verschleiß würde sonst zu Trennschleifblattbruch oder erheblichem Durchmesserverlust des Blattes führen. Dieser wiederum führt zu einer abnehmenden Schnitttiefe und reduzierten Schnittkraft der Messung. Aus diesem Grund wurden die Werkstoffe Siliziumkarbid (SSiC), gesintertes Pyrophyllit (S5) und Aluminiumoxid (Al_2O_3) unter diesen Vorgaben bearbeitet. Hierbei ist festzuhalten, dass die wirkenden Kräfte zwar geringer sind, jedoch effektiv pro Diamant gesehen werden müssen (Tabelle 7.2.3). Dies wird nachfolgend näher untersucht.

Tabelle 7.2.3 Vergleich normierter Kräfte in N mit 30 µm großen Diamanten

	SSiC	S5	Al₂O₃
X	0,02487	0,168161	3,046526
Y	0,300888	0,233496	0,225357
Z	0,115735	0,200267	0,940691

Weiterhin ist zu sehen, dass auf die gesinterte Keramik vergleichbar hohe Kräfte beim Trennschleifen ausgeübt werden, wie sie auch beim Trennschleifen von Siliziumkarbid gemessen werden können, jedoch weniger als beim Trennen von Aluminiumoxid. Bei diesen Versuchen ist der Einfluss des Kühlwassers erheblich (Bild 7.2.6). Dies liegt vor allem an der geringen Vorschubgeschwindigkeit von weniger als 0,5 mm/s.

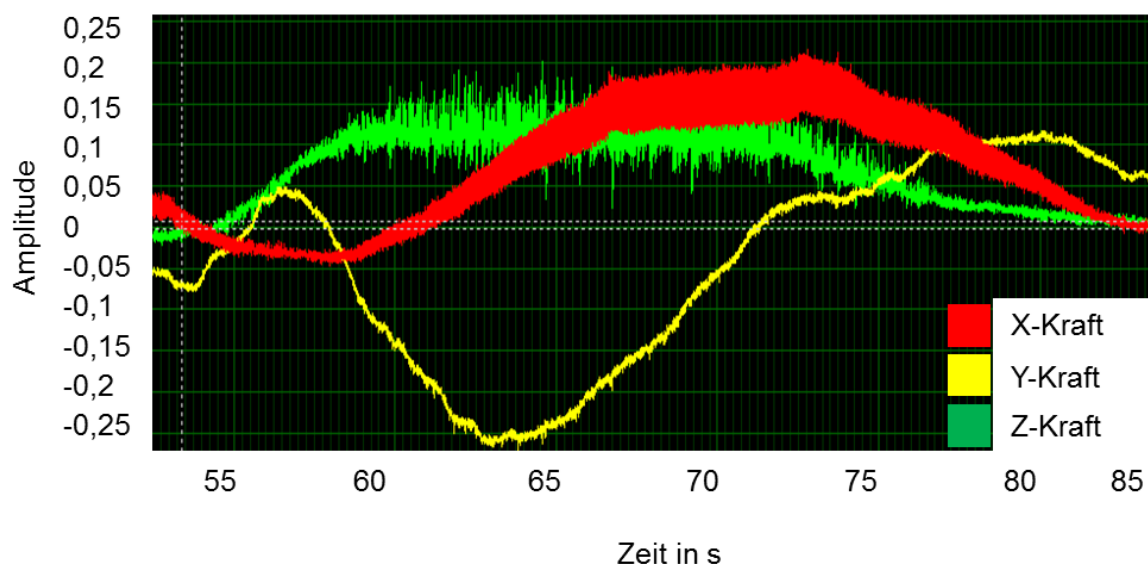


Bild 7.2.6 Verlauf der Schleifkräfte beim Trennen von Siliziumkarbid

Der Einfluss des Kühlwassers (gelbe Kurve in Bild 7.2.6) ist nicht-linear und gestaltet die Messwertkorrektur deutlich komplexer. Um mit diesen Werten weiterarbeiten zu können, werden die vorhandenen Messungen als Richtgröße genutzt. Da die Normalkräfte in Z entscheidend sind, werden die Kräfte in X und Y nicht weiter ausgewertet. Diese Werte werden zur Vereinfachung gemittelt, da der Einfluss des Kühlwassers und der Prozessschwankungen nicht unbeachtet bleiben kann (Tabelle 7.2.4).

Tabelle 7.2.4 Gemessene Normalkräfte in [N] beim Trennschleifen

	Si	S4	S1	SSiC	S5	Al ₂ O ₃
Z für 5 µm	2	0,6	0,15			
Z für 9 µm	0,7	0,1	0,06			
Z für 30 µm				0,1	0,2	1

Um mit diesen Richtwerten weiterzuarbeiten, muss eine effektiv wirkende Normalkraft pro Einzeldiamant abgeschätzt werden (Berechnung für Kennwerte). Am konfokalen Mikroskop wurde die Stirnfläche der Trennschleifblätter gemessen und über die Profilaufnahme der mittlere Schneidenabstand bestimmt. Hierbei wurde jeweils zwischen 20 Diamanten der Abstand bestimmt und gemittelt (Bild 7.2.7).

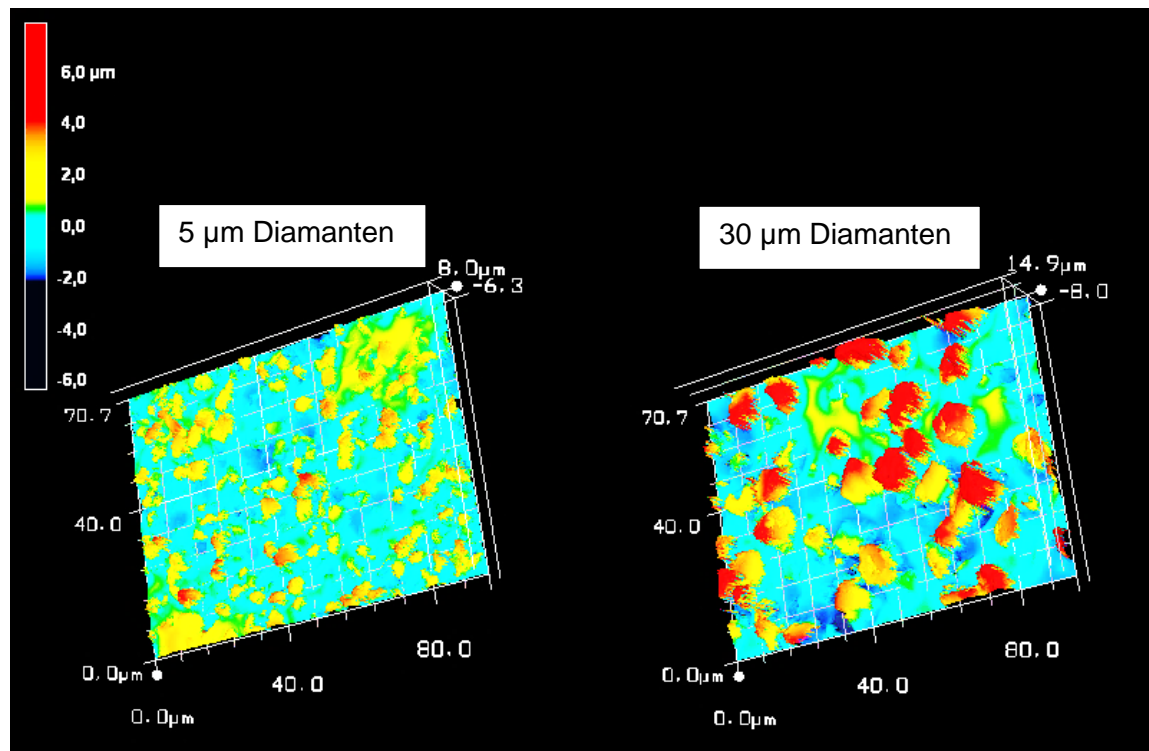


Bild 7.2.7 Oberflächenanalyse zur Ermittlung der Geometriefaktoren

Für die Bestimmung der aktiven Schneiden wird der Weg über die Schneiden pro Fläche $N_{a, max}$ und die Einzelkornspannungsdicke h_{cu} beschränkt [nach DEN11]. Der Geometriefaktor setzt sich aus der Winkelberechnung der Schneiden zusammen.

$$\text{Geometriefaktor} = 2 * \tan\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (7.2.1)$$

Dieser Winkel θ beträgt ungefähr 150° und wird der Literatur entnommen [FRI97, PAU96, ROT94]. Somit ergibt sich mit der Formel 7.2.3 der Wert von 18,66.

$$N_{a,max} = \frac{1}{\bar{x}^2} \quad (7.2.2)$$

$$h_{cu} = \sqrt[3]{\frac{d_{sk} \cdot \bar{x}^2 \cdot v_f}{\zeta \cdot 18,66 \cdot v_c}} \cdot \sqrt{\frac{a_e}{D}} \quad (7.2.3)$$

$N_{a,max}$	Schneiden pro Fläche
\bar{x}	Mittlerer Diamantabstand
h_{cu}	Einzelkornspanungsdicke
d_{sk}	Diamantgröße
v_f	Vorschubgeschwindigkeit
v_c	Schnittgeschwindigkeit
ζ	Überdeckungsfaktor
a_e	Eingriffstiefe (Schnitttiefe)
D	Schleifscheibenaußendurchmesser

Der mittlere Abstand der Schneide \bar{x} ist in folgender Tabelle 7.2.5 mit gerundeten Werten dargestellt. Aus diesem Wert lässt sich die maximale Schneidenanzahl auf dem Trennschleifblatt bestimmen.

Tabelle 7.2.5 Gemittelter Abstand und Gesamtanzahl der Schneiden für ein 100 µm dickes Trennschleifblatt mit voller Diamantkonzentration

Diamantgröße in µm	Abstand \bar{x} in 10 ⁻³ mm	$N_{a,max}$
5	6,6	22,957
9	11,79	7,194
15	19,7	2,577
30	41,1	592

Für die Berechnung der Einzelkornkraft werden zusätzlich die Faktoren Schleifkorndurchmesser d_{sk} , der Überdeckungsfaktor ζ , Vorschubgeschwindigkeit v_f , Schnittgeschwindigkeit v_c , der Geometriefaktor (Wert 18,66, Siehe Formel 7.2.3), der Arbeitseingriff a_e und der Schleifscheibendurchmesser D benötigt. Der Überdeckungsfaktor ζ ist abhängig von der Diamantgröße und beträgt [nach DEN11]:

5 µm → 0,5	9 µm → 0,625	15 µm → 0,75	30 µm → 1
-------------------	---------------------	---------------------	------------------

Der Schleifscheibendurchmesser wird auf 55,5 mm festgelegt und die Eingriffstiefe der DoE-Parameter liegt bei 0,8 mm. Diese sollen in den Berechnungen als konstant angenommen werden.

In folgender Tabelle 7.2.6 sind die Variationen der Parameter zusammengefasst, die aus den DoE-Versuchen stammen.

Tabelle 7.2.6 Geometrische Faktoren für spezifische Trennschleifscheiben

d_{sk} in μm	\bar{x}^2	ς
5	43,56	0,5
9	139,00	0,625
15	388,09	0,75
30	1.697,4	1

Zur Vereinfachung werden die geometrisch gekoppelten Werte (\bar{x}^2 und ς) im Folgenden nur noch durch die Diamantgröße d_{sk} geführt. Koppelt man nun diese Werte an die besten Maschinenparameter v_f und v_c , so ergibt sich folgende Matrix zu den minimalen Einzelkornspanungsdicken (Tabelle 7.2.7).

Tabelle 7.2.7 Einzelkornspanungsdicke in nm

	v_f 0,5 mm/s		v_f 1 mm/s		v_f 5 mm/s	
v_c in m/s	28,8	57,6	28,8	57,6	28,8	57,6
d_{sk} in μm						
5	36,56	29,02	46,07	36,56	78,77	62,52
9	60,78	48,24	76,58	60,78	130,96	103,94
15	95,50	75,80	120,32	95,5	205,75	163,30
30	178,2	141,4	224,5	178,2	383,9	304,7

Wie diese Tabelle 7.2.7 zeigt, nimmt mit der Vorschubgeschwindigkeit die Einzelkornspanungsdicke zu, während innerhalb der gleichen Vorschubgeschwindigkeit mit zunehmender Schnittgeschwindigkeit (Drehzahl der Spindel) die Einzelkornspanungsdicke abnimmt. Die Auswirkungen sind hierbei leicht höher, verglichen mit der Änderung der Schnittgeschwindigkeit. Der Wert 0,4 gibt die Schneidenraumtiefe an, die den effektiven Überstand des Schleifkorns aus der Bindung beschreibt. Dieser sollte etwas unter 0,5 liegen, da sonst die Stabilität des Schleifkorns in der Bindung nicht gegeben ist. Dieser Wert ist damit ein zusätzlicher Faktor für den Schleifkorndurchmesser d_{sk} zur Geometriebestimmung [DEN11].

Mit diesen theoretischen Werten kann nun die Berechnung für die im Eingriff befindlichen Schneiden erfolgen. Dieser Wert wird wie folgt berechnet [DEN11]:

$$N_A = N_{a,max} * \frac{h_{cu}}{0,4 * d_{sk}} \quad (7.2.4)$$

$N_{a,max}$ Schneiden pro Fläche

h_{cu} Einzelkornspanungsdicke

d_{sk} Diamantgröße

0,4 Schneidenraumtiefe

N_A Anzahl aktiver Schneiden

Mit den Werten aus Tabelle 7.2.7 können nun die aktiven Schneiden bei den Trennschleifprozessen berechnet werden. Weiterhin liefern uns diese Werte auch den Einstieg in die Betrachtung der Einzelkornspanungsdicke und der kritischen Einzelkornspanungsdicke für das spröde-duktilen Trennen. Hierauf wird Kapitel 8 näher eingegangen, da hier die Materialeigenschaften E-Modul und Härte einen erheblichen Einfluss haben. Die Kombination aus Vorschubgeschwindigkeit v_f und Schnittgeschwindigkeit v_c ergibt bei einer gemittelten Diamantkorngröße die aktiven Schneiden N_a im Prozess. Das heißt, für eine Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/s und einer Schnittgeschwindigkeit von 28,8 m/s sind im Mittel 306 Diamanten im Eingriff (Tabelle 7.2.8).

Tabelle 7.2.8 Analyse der aktiven Diamanten im Prozess

	v_f 0,5 mm/s		v_f 1 mm/s		v_f 5 mm/s	
v_c in m/s	28,8	57,6	28,8	57,6	28,8	57,6
d_{sk} in μm						
5	36,56	29,02	46,07	36,56	78,77	62,52
N_a	306	243	386	306	660	524
9	60,78	48,24	76,58	60,78	130,96	103,94
N_a	89	70	112	89	191	152
15	95,50	75,80	120,32	95,5	205,75	163,30
N_a	30	24	38	30	64	51
30	178,2	141,4	224,5	178,2	383,9	304,7
N_a	6	5	8	6	14	11

Mit den nun bekannten aktiven Schneiden und der Abschätzung der Kräfte beim Trennschleifen lassen sich die Kräfte pro Einzelkorn ausrechnen. Dazu wird die summierte Kraft auf die im Eingriff befindlichen Diamanten heruntergerechnet. Aufgrund der maschinellen Begrenzungen bei der Kraftmessung sind die Trennschleifkräfte genähert zu betrachten und als Folge der Überlagerung der Kräfte mit dem nicht-linearen Einfluss des Kühlwassers, sind diese als Richtwert zu verstehen. Zu erkennen ist, dass die Schleifkräfte mit abnehmender Kornanzahl stark zunehmen (Tabelle 7.2.9).

Tabelle 7.2.9 Analyse der Einzelkorn-Schleifkräfte bei unterschiedlichen Diamantgrößen

Kraft-Z	Si	S2-4	S1	SSiC	S5	Al ₂ O ₃
5 µm	3-10 mN	1-3 mN	0,2-0,7 mN			
9 µm	4-10 mN	0,5-2 mN	0,4-0,9 mN			
30 µm				7-20 mN	14-40 mN	71-200 mN

Hierbei spielen vor allem Temperatureffekte und das Zusammenspiel von Bindung, Kühlmedium, Schnittgeschwindigkeit und Materialeigenschaften wie die Wärmeleitung eine große Rolle. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Einzelkräfte der Materialien S1-4 sehr gering sind, diese befinden sich im µN bis mN Bereich. Dies ist im Besonderen von Bedeutung, da die Indentkräfte der Nanoindentation sich in diesem Kraftbereich befinden. Die Analyse des Materialverhaltens unter dem Nanoindenter ist somit, in Bezug auf die wirkenden Prozesskräfte, in der gleichen Größenordnung, sodass erst einmal nur der Geschwindigkeitsunterschied zwischen Realprozess und Nanoindent anzunehmen ist.

7.3. Verschleißmessung mit definierten Trennschleifblättern

Die Parameterstudie aus Kapitel 7.1 wird in diesem Kapitel unter dem Gesichtspunkt des Verschleißes des Trennschleifblattes betrachtet. Die Tabelle 7.3.1 zeigt die Auswahl der geeignetsten Parameter aus dem DoE Kapitel 7.1. Die gewählten Parameter für die Verschleißmessung sind unter A-I zusammengefasst und mit dem jeweiligen Zustand der Keramik (S1-5) und den Maschinenparametern verknüpft.

Tabelle 7.3.1 Auswahl der optimalen Trennschleifparameter

Parameter	Zustand der Keramik	Maschinenparameter
A	S1	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 \text{ }\mu\text{m}$
B	S1	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \text{ }\mu\text{m}$
C	S2	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 29 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \text{ }\mu\text{m}$
D	S3	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 29 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \text{ }\mu\text{m}$
E	S3	$v_F = 0.5 \text{ mm/s}$, $v_C = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 \text{ }\mu\text{m}$
F	S3	$v_F = 5 \text{ mm/s}$, $v_C = 29 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 \text{ }\mu\text{m}$
G	S4	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 29 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 5 \text{ }\mu\text{m}$
H	S4	$v_F = 1 \text{ mm/s}$, $v_C = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \text{ }\mu\text{m}$
I	S5	$v_F = 0.5 \text{ mm/s}$, $v_C = 58 \text{ m/s}$, $d_{sk} = 9 \text{ }\mu\text{m}$

Die Trennschleifparameter haben einen erheblichen Einfluss auf die Produktivität und Effektivität des Prozesses. Nach den DoE-Tests wurden die besten Parameter für das Verschleißverhalten mit einem Langzeitversuch getestet. Der Vorschubweg beträgt 800 mm, um die Durchmesseränderung und den Diamantverschleiß während der Bearbeitung zu analysieren. Der Diamantverschleiß führt zu einer Veränderung der Rauheit des Trennschleifblattes. Zu sehen ist in Bild 7.3.1 einmal die Rauheit vor und nach dem Einsatz. Die Rauheit gibt einen Eindruck der Oberflächenveränderung des Trennschleifblattes. Dabei besitzt die Form, Anordnung und Größe der Diamanten eine entscheidende Rolle. Verändern sich diese Eigenschaften, wirkt sich dies stark auf die gemessene Oberflächenrauheit aus. Sie sinkt mit zunehmendem Verschleiß, da sich Form, Überstand und teilweise auch Anzahl der Diamanten ändern.

Abgesehen von einigen messbedingten Schwankungen nimmt die Rauheit mit dem Einsatz ab. Der Prozessparametersatz I jedoch sorgt hier für einen Rauheitsanstieg der deutlich über den anderen Werten liegt. Um diesen Punkt näher zu untersuchen wird ein zusätzliches Kriterium für den Verschleiß herangezogen (Bild 7.3.1).

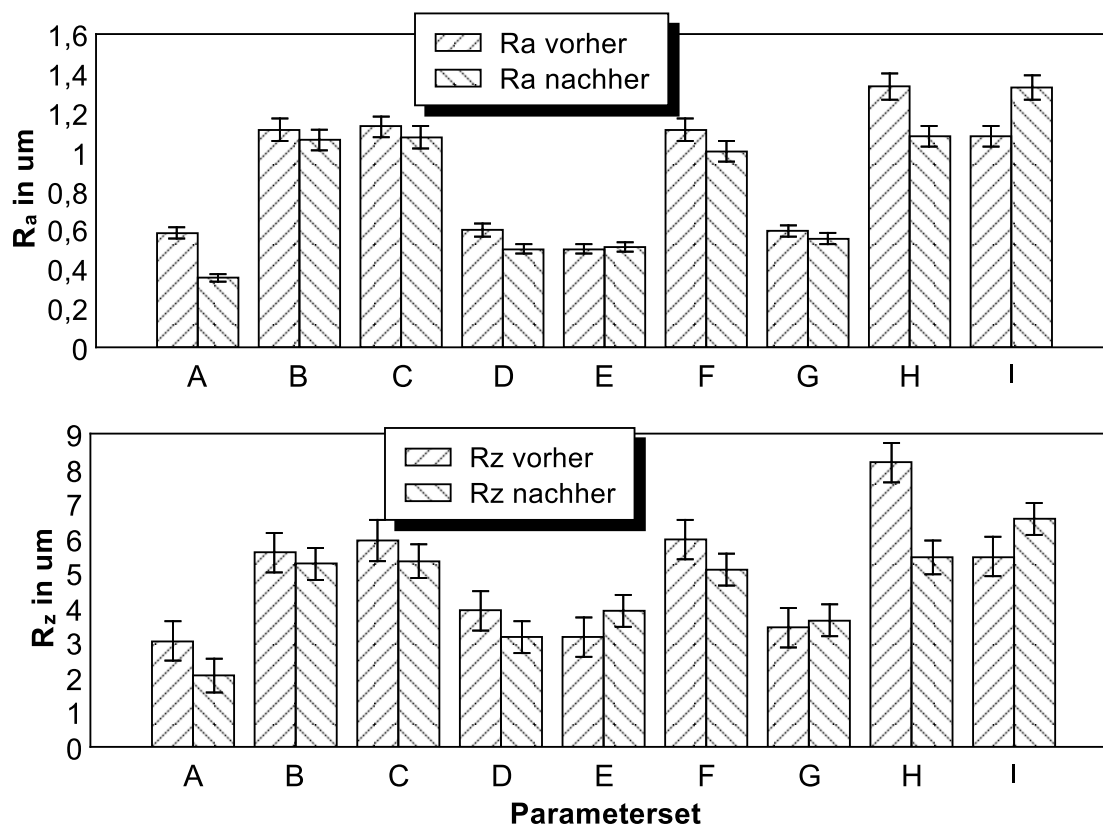


Bild 7.3.1 Trennschleifblattrauheit vor und nach dem Einsatz unter Verwendung von optimalen Prozessparametern

Ein weiterer wichtiger Parameter der Verschleißmessung ist der radiale Verschleiß des Trennschleifblattes, der sich direkt auf die Schnitttiefe auswirkt. Solange der Verschleiß und damit die kontinuierliche Veränderung des Durchmessers nicht bekannt sind, ist es im Prozess nicht möglich, die Schnitttiefe dem Prozessverschleiß anzupassen. Dies ist jedoch für eine erfolgreiche Vereinzelung von Mikrokomponenten oder die präzise Strukturierung von hohem Interesse.

Das Bild 7.3.2 zeigt die Durchmesseränderung des Trennschleifblattes nach einer Schnittlänge von 800 mm bei den Parametern A-H. Der Parametersatz I ließ nur eine Schnittlänge von 160 mm zu, da der Verschleiß des Trennschleifblattes zum vorzeitigen Versagen führte. Die eingezeichnete Ober- und Untergrenze dient als Maß der Messschwankungen und der tolerierten Durchmesserunterschiede. Markant stehen hier die Ergebnisse unter Verwendung der Parametersätze D, G und I hervor. Die Parametersätze D und G haben gemein, dass die Schnittgeschwindigkeit gering ist und somit der thermische Verschleiß am Diamanten erhöht wird. Der Parametersatz H hingegen ist durch die doppelte Schnittgeschwindigkeit und größere Diamanten gekennzeichnet, was einen geringeren radialen Verschleiß zur Folge hat. Der Parametersatz I jedoch ist mit 140 μm Durchmesserverlust markant.

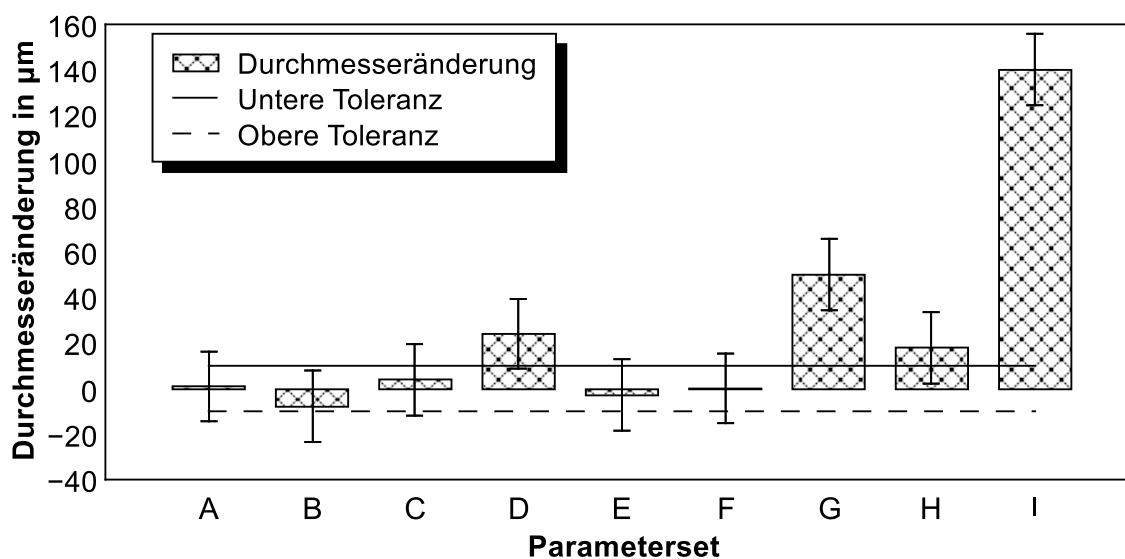


Bild 7.3.2 Vergleich der Durchmesseränderung der optimalen Parametersätze

Auf dem linken Bild 7.3.3 a ist zu sehen, wie sich die Schnitttiefe nach 160 mm Trennschleifen um $140 \mu\text{m}$ verringert hat. Zusätzlich hat sich das Trennschleifblatt auch in seiner Breite erheblich verändert. Das rechte Bild 7.3.3 b zeigt, wie sich diverse Diamanten in der Nickelbindung bewegen und eine Spur hinterlassen (c).

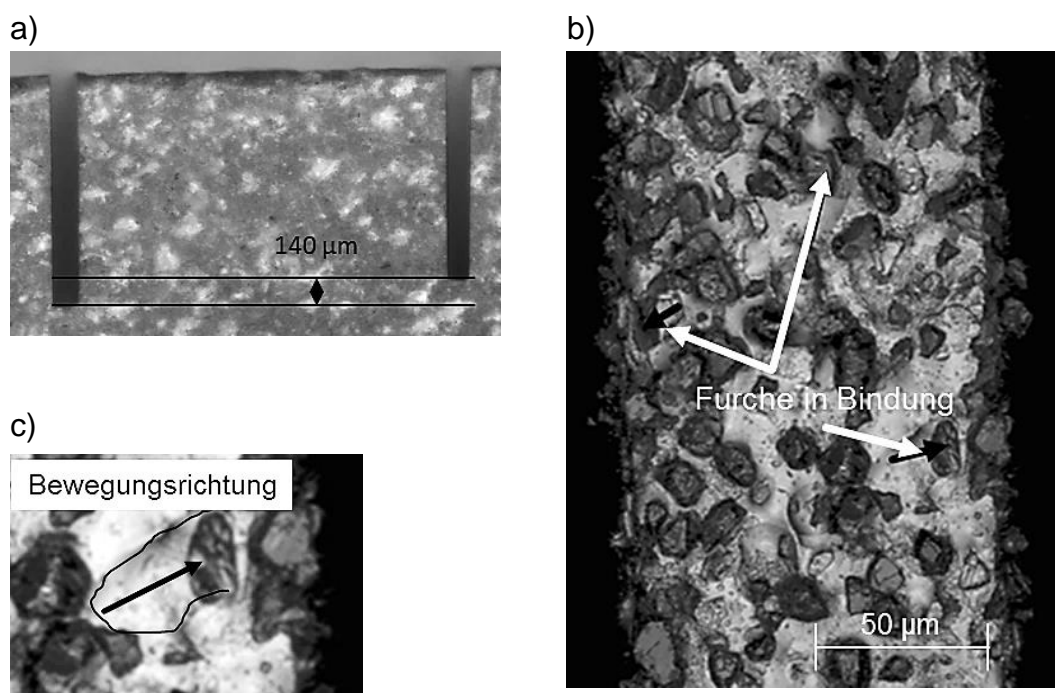


Bild 7.3.3 a) Radialer Verschleiß in gesintertem Pyrophyllit S5, b) Draufsicht verschlissenes Trennschleifblatt und c) Detailansicht verschobener Diamant

Aus diesen Versuchen lässt sich ein erster Verschleißquotient bilden. Dieser setzt sich aus dem Werkstückvolumen V_w und dem Scheibenverschleiß V_s

zusammen [FRI04]. Er beträgt für den Parametersatz I ca. 6, für den besten Parametersatz 160 und mehr. Die Analyse der Leistungsmessung für diesen Vorgang ist im Bild 7.3.4 zu sehen. Zunächst einmal ist die Messkurve für gesintertes Pyrophyllit bei einer Schnittlänge von 160 mm aufgenommen und dazu im Vergleich eine Messkurve für Al_2O_3 . Für Al_2O_3 ist ab einer Signaländerung von 8-10 % das Trennschleifblatt derart verschlissen, dass ein weiterer Einsatz mit mangelnder Qualität des Schnittes und möglichem Bauteil- und Werkzeugversagen einhergeht [STO12].

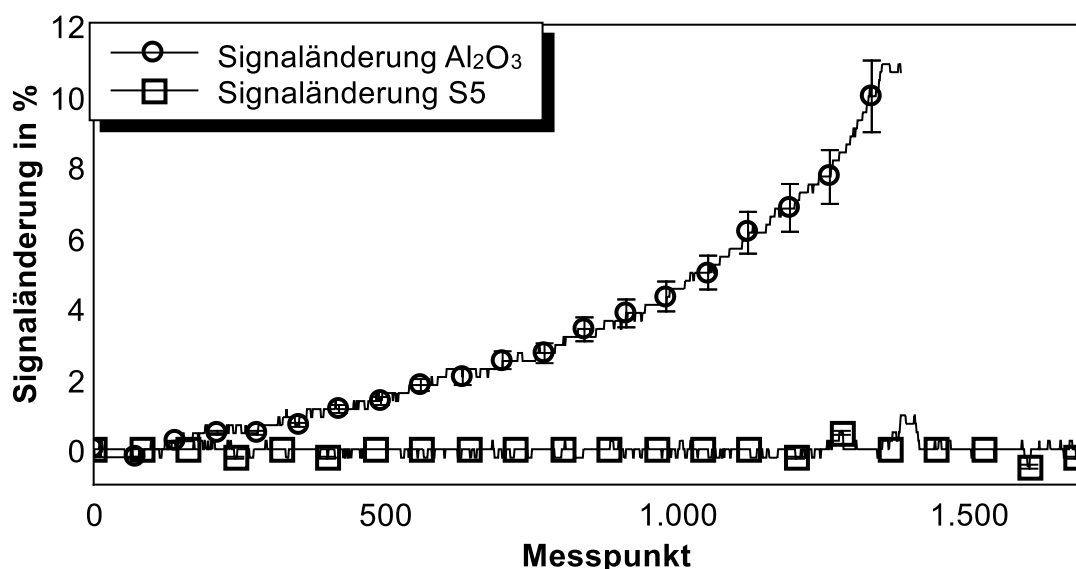


Bild 7.3.4 Vergleich der Leistungskurve beim Trennschleifen von Aluminiumoxid und gesintertem Pyrophyllit S5

Die Kurve für gesintertes Pyrophyllit hingegen zeigt kaum Änderungen. Aufgrund des Durchmesserverlustes und der Verringerung der Trennschleifblattstärke muss die Spindel weniger Energie aufbringen, um die steigenden Trennschleifkräfte zu kompensieren. In der Leistungsmessung ist der Verschleiß des Trennschleifblattes daher nicht zu erkennen. Es entsteht jedoch so viel Reibwärme, dass ganze Diamantlagen in kürzester Zeit verschleissen. Aufgrund der schlechten Wärmeleitung des Werkstücks verschleißt das Werkzeug überproportional stark, da ein Großteil der erzeugten Wärme vom Diamanten direkt in die Bindung abgeführt wird (Tabelle 7.3.2). Der besondere Verschleißmechanismus beim Vereinzeln unter Verwendung des Parametersatzes I wird noch einmal deutlich, wenn man die Wärmeleitung der beteiligten Materialien betrachtet.

In Kombination mit dem Wissen über die wirkenden Trennschleifkräfte pro Diamant ist zudem zu sehen, dass die höheren Kräfte beim Schneiden von Aluminiumoxid dazu führen, dass sich der verschlissene Diamant einfacher aus der Bindung lösen lässt, als beim Schneiden von gesinteter Pyrophyllit Keramik. Die mangelnde Kenntnis über die aktuellen Prozesstemperaturen an den

Schneiden kann jedoch durch den Vergleich der Wärmeleitung der beteiligten Werkstoffe ausgeglichen werden.

Tabelle 7.3.2: Vergleich der Wärmeleitung der beteiligten Materialien

Material	Wärmeleitfähigkeit in $\frac{W}{mK}$
Diamant	2.300 [HAY12]
Nickel	85 [HAY12]
Pyrophyllit	1,5 [ITK01]
Wasser	<1 [HAY12]

Da sich Diamant ab einer Temperatur von ca. 800° C in Verbindung mit Wasser schneller zersetzt [WIL91], entstehen hier in diesen Versuchen mit Pyrophyllit (S5) ein erhöhter Wärmestau und daher ein gesteigerter thermischer Verschleiß des Schleifblattes. Jedoch sind die Prozesskräfte nicht ausreichend, die verschlissenen Diamanten aus der Bindung zu lösen (Selbstschärfereffekte), vielmehr entsteht ein Zustand mit erhöhter Reibwärme an Diamant und Bindung, der das Erweichen der Metallbindung und eine Beweglichkeit der Diamanten in der Bindung zur Folge hat (siehe Bild 7.3.3c). Dies führt zu Formverlust und zusätzlichem Diamantversagen. Unter diesen Versuchsbedingungen kann die gebrannte Keramik nur mit erheblichem Werkzeugverschleiß bearbeitet werden. Weiterhin ist eine effektive Temperaturkontrolle nicht möglich. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass bei gesinterter Keramik eine sehr starke Überhitzung des Schleifblattes bei der Bearbeitung stattfindet. Das Kühlkonzept reicht nicht aus, um das Werkzeug bei der Bearbeitung schlecht wärmeleitender Werkstoffe effektiv zu kühlen.

Für die Bewertung eines Langzeiteinsatzes des Werkzeugs wurde ein Halbzeug mit dem Durchmesser von 100 mm hergestellt. Im Bild 7.3.5 ist die Draufsicht auf das geschliffene Muster zu erkennen. Es wurden Schleifprofile im 90°-Winkel zueinander im Abstand von 0,1 mm hergestellt.

Zu sehen sind die Maschinenparameter, sowie wichtige Bewertungsgrößen für die Wirtschaftlichkeit des gewählten Prozesses. Der Verschleißquotient G (V_s zu V_w) ist für diesen Versuch mit 13.000 deutlich höher als der des Versuchs aus Bild 7.3.3 mit einem Wert von 6.

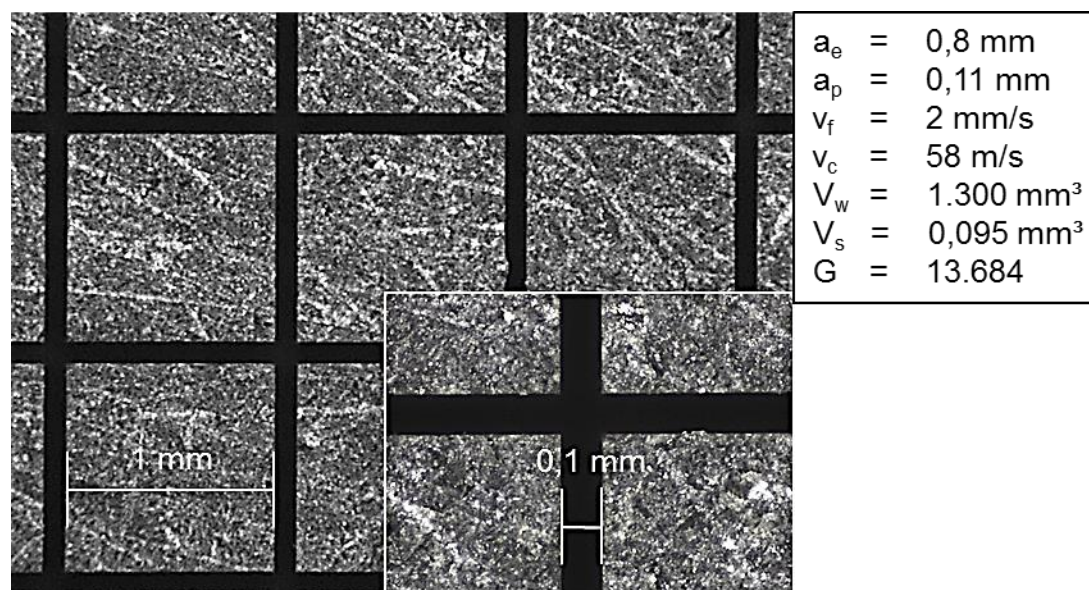


Bild 7.3.5 Langzeit Verschleißuntersuchung an ungebrannter Keramik S1

Die Verschleißanalyse der Proben S1-4 zeigte keine Abweichungen von der Grundleistungsaufnahme der Spindel während der Leistungsmessung (Leerlaufleistung der Spindel). Diese Ergebnisse korrelieren mit den Erkenntnissen aus der Kraftmessung. Die einzelnen Kraftspitzen im getrockneten Zustand konnten in der Leistungsmessung nicht beobachtet werden. Das Kühlwasser und die Wärme-Aufnahmefähigkeit der Keramik reichen hier nicht aus, um während der Bearbeitung eine ausreichende Kühlung zu gewährleisten.

Die Mechanismen des Verschleißes beim Trennen von ungebrannten Keramiken sind vornehmlich auf den Temperatureinfluss beim Schneiden zurückzuführen. Mit zunehmender Trocknung sinkt die Wärmeleitung des Werkstoffes, die Auswirkungen der Al_2O_3 -Partikel nehmen zu und der Materialabtransport wird erschwert. Wasser hat eine 20-mal höhere Wärmeleitung als Luft und somit nimmt die wirkende Wärmeleitung des Materials nochmals ab, da der Luftanteil der Keramik durch das Trocknen ansteigt.

7.4. Strukturierungsgenauigkeit von ungebrannter Keramik

Für die Strukturierung der Keramik in ihren verschiedenen Sinterzuständen wurde ein Schleifmuster zur Bestimmung der erreichbaren Aspektverhältnisse und der möglichen Strukturuntergrenzen gewählt. Das Bild 7.4.1 zeigt das Trennmuster und die Abmessungen des Arrays. Die größte rechteckige Struktur misst 500 x 500 μm , die kleinste 30 x 30 μm . Zur Analyse wird einmal die Schleifprofiltiefe variiert und dann die noch erreichbare kleinste Struktur ermittelt. Diese gibt das Maß für das maximal erreichbare Aspektverhältnis an. Weiterhin ermöglicht dieses Array die Bewertung der optimalen Trennschleifparameter und die erreichbare Qualität der Strukturen.

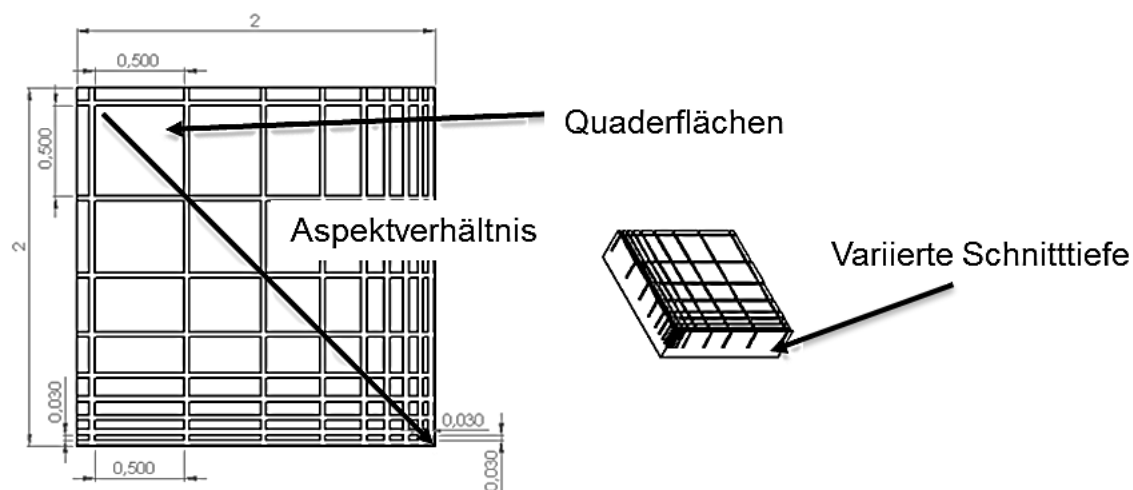


Bild 7.4.1 Array für die Strukturierungsversuche

Um diese Werte zu vergleichen, wurden Muster in Materialien in den Trocknungszuständen S1-4 geschliffen. Danach wurden die Proben völlig gesintert, um zu ermitteln, inwiefern sich die Längenänderung auf die vorher eingebrachten Strukturen auswirkt (Bild 7.4.2). Die Kurve in Bild 7.4.2 für 10 Stunden thermisch behandelte Proben zeigt einen nahezu linearen Zusammenhang zwischen Aspektverhältnis und Schnitttiefe. Alle anderen Aspektverhältnisse nähern sich einem maximal möglichen Wert an. Als Kriterium für das maximal erreichbare Aspektverhältnis wurde die kleinste herstellbare Säule des Arrays vermessen. Bei einer Verkleinerung des Querschnitts brechen die Säulen weg und damit ist das fertigungsbedingte maximale Aspektverhältnis erreicht. Zu sehen ist, dass je nach Zeitpunkt der Strukturierung eine leichte Verschiebung der Aspektverhältnisse zu höheren Verhältnissen hin stattfindet. Dies ist für die Zeitpunkte S1 und S2 zu beobachten. Allgemein ist zu sagen, dass der Sintervorgang keinen negativen Einfluss auf die Stabilität der Strukturen hat. Alle vor dem Sintern eingebrachten Strukturen bleiben auch nach dem Sintern erhalten und sind nicht gebrochen. Zusätzlich wurden die Materialien Silizium und Glas als Referenzmaterial untersucht. Diese zeigen in beiden Fällen ein geringeres erreichbares Aspektverhältnis. Profilierungen mit einer Tiefe von 1 mm konnten mit den vorhandenen Proben nicht umgesetzt werden, da die Substrate zumeist deutlich dünner sind als 1 mm.

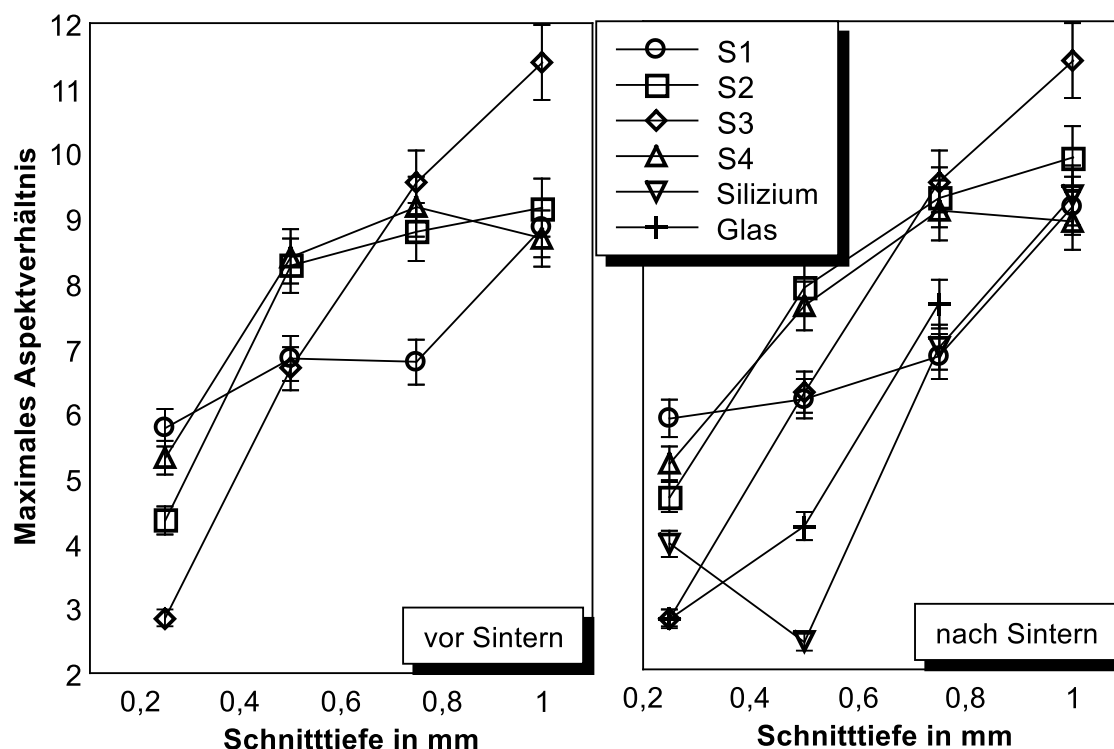


Bild 7.4.2 Aspektverhältnis der kleinsten Quader

Trotz der geringen Stabilität der unbehandelten und getrockneten Keramik lassen sich höhere Aspektverhältnisse herstellen als mit vergleichbaren mikrotechnischen Werkstoffen wie Silizium oder Glas. Im Bild 7.4.3 ist das Verhältnis bei veränderter Strukturhöhe vor und nach dem Sintern angegeben. Die Bearbeitung findet vor dem Sintern statt und die Messung jeweils vor und nach der thermischen Behandlung.

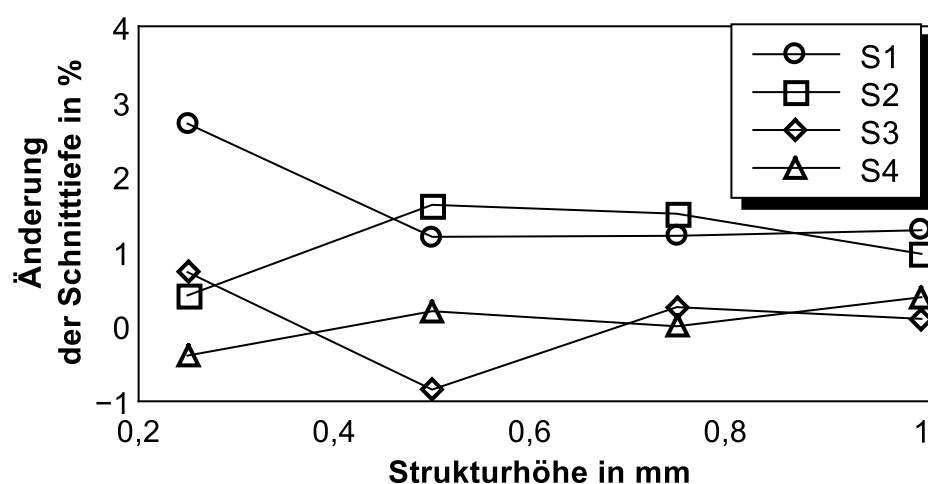


Bild 7.4.3 Höhenänderung in % der Strukturen vor und nach dem Sintern

Hierbei wurde die zuvor vermessene Strukturhöhe der Arrays auf 4 unterschiedlichen Proben mit der Strukturhöhe nach dem finalen Sintern verglichen. Die Änderung des Aspektverhältnisses ist vor und nach der

Herstellung der Strukturen gemessen worden. Vergleicht man das Aspektverhältnis vor und nach dem Sintern, ändert sich mit zunehmender Profiltiefe das Aspektverhältnis nur in einem Bereich von 0-1 %. Dieser Bereich wird auch als Grenze des Messverfahrens angesehen und kommt dem Messfehler nahe. Je näher dieser Wert bei 0 % liegt, desto genauer lassen sich Strukturen schon vor dem Sintern herstellen. Dieser Vorteil wirkt sich direkt auf die Nachbearbeitung aus. Kann eine definierte Struktur vor dem Sintern erzeugt werden, ohne eine Toleranz für Schwinden oder Volumenzuwachs der Keramik vorsehen zu müssen, vereinfacht sich der Fertigungsprozess. Weiterhin kann häufig eine Nachbearbeitung entfallen, welche beträchtliche Kosten und einen hohen Aufwand mit sich bringt. Es kann nachgewiesen werden, dass sich mit zunehmender Trocknung der Proben die Abweichung der Strukturgeometrie nach dem Sintern von der im Bearbeitungszustand auf nahezu 0 % einpendelt. Wie zu erwarten war, zeigt sich ein deutlicher Unterschied zwischen der unbehandelten Probe zur 14 Stunden S4. Die Überschneidung der Kurven von unbehandelten und 6 Stunden S2 Proben lässt sich darauf zurückführen, dass in beiden Stadien das Zwischenschichtwasser bis auf einen minimalen Anteil weiterhin vorhanden ist und nur das absorbierte Wasser aus der Probe entfernt wurde. Durch Trennschleifen unter Verwendung von Kühlwasser nimmt die für 6 Stunden S2 Wasser auf und zeigt daher wieder ein fast ähnliches Verhalten wie die unbehandelte Probe.

Durch Reduzierung der Vorschubgeschwindigkeit und Drosselung des Kühlmitteldurchflusses wurden Randbedingungen eingestellt, um Untersuchungen durchzuführen, inwiefern sich mit nicht-optimalen, jedoch strukturschonenden Parametern die erreichbaren Aspektverhältnisse noch steigern lassen. Im Bild 7.4.4 ist die Auswertung für diesen Versuch zu sehen. Es ist mit der 6 Stunden getrockneten Probe (S2) gelungen, Aspektverhältnisse von bis zu 25:1 zu erhalten, jedoch können die empfindlichen Strukturen beim Handling beschädigt werden.

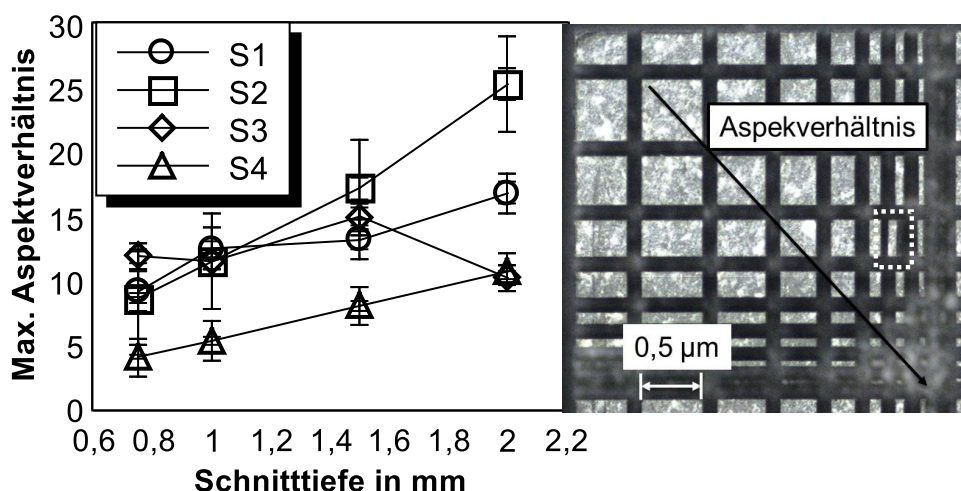


Bild 7.4.4 Maximales Aspektverhältnis an Quadern der Kantenlänge 4 mm

Die Strukturen der Stufen S3 und S4 neigen zum Zerschneiden beim Trennschleifen. Die Stufen S1 und S2 erlauben eine stetige Steigerung des Aspektverhältnisses bis zu einer Profiltiefe von 2 mm, hier ist jedoch anlagenbedingt die maximale Strukturtiefe erreicht. Das rechte Bild zeigt die Ergebnisse der Stufe S2 in Draufsicht. Die verformte Säule ist nicht bei der Bearbeitung, sondern durch die Handhabung der Probe entstanden (weiß umrandet). Der Arbeitseingriff a_e wird durch Maschinenparameter fest eingestellt und die Grenze der Strukturierbarkeit kann ermittelt werden. Um nun Aussagen über die Fertigungsgenauigkeit treffen zu können, werden die Flächen der Säulen und die Schnitttiefe untersucht.

Sieht man sich nun die Geometrieänderung der Strukturen mit quadratischer Grundfläche an, so lässt sich für zunehmende Schnitttiefen zeigen, dass die 6 Stunden getrockneten Proben (S2) eine sehr gute Strukturgenauigkeit aufweisen. Das Bild 7.4.5 zeigt die Abweichung vom Ideal (100 %) über die Fläche der Quadrate. Die vier Diagramme zeigen zudem eine Zunahme der Profiltiefe von 0,25 mm auf 1 mm.

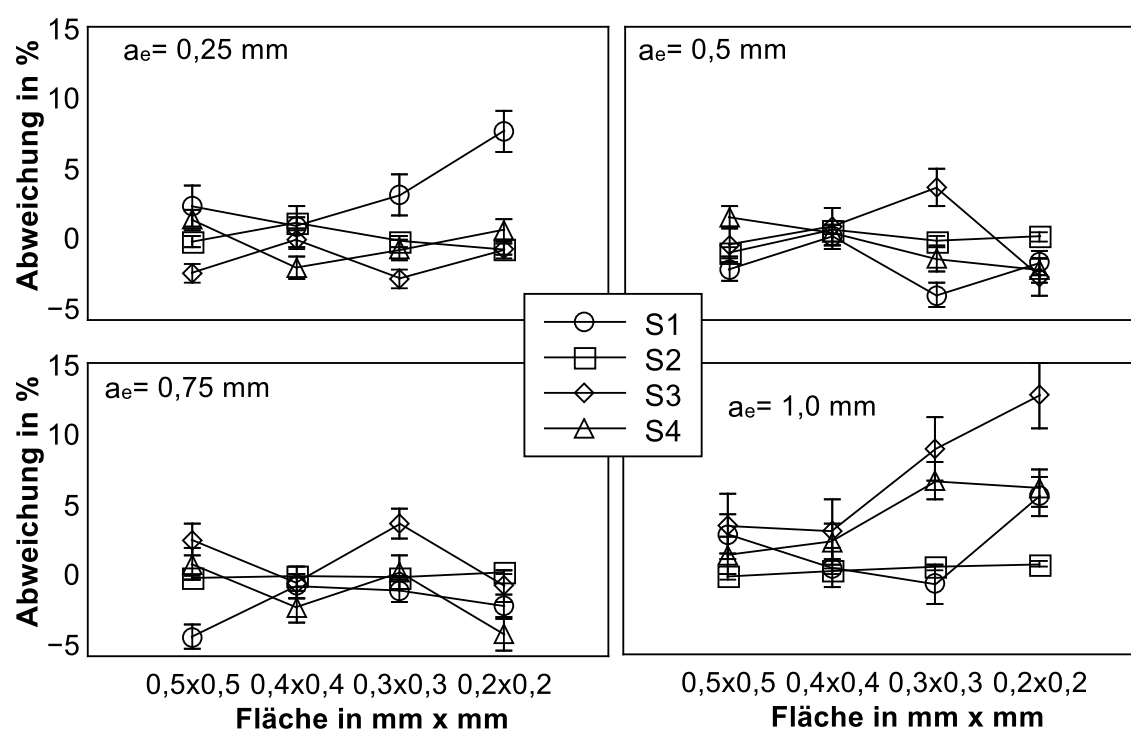


Bild 7.4.5 Flächengenauigkeit vor und nach dem Sintern

Zu sehen ist, dass bei sehr geringer und sehr großer Schnitttiefe die kleineren Strukturen deutlicher abweichen.

Bild 7.4.6 zeigt eine Draufsicht der ungebrannten Keramik. Die auffallend hellen Partikel sind bis zu 100 μm groß und zufällig im Halbzeug verteilt.

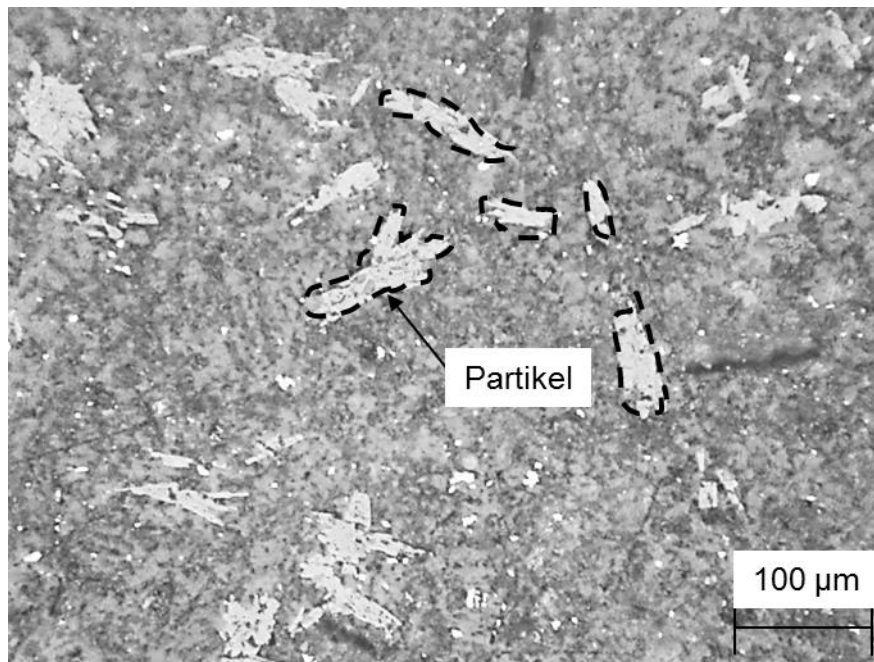


Bild 7.4.6 Draufsicht ungebrannte Keramik mit eingebetteten Al_2O_3 -Partikeln

Durch die Trocknung werden die Verbindungen an den Übergängen zwischen Partikeln und Restmaterial instabiler und das Ausbrechen an Rändern und profilierten Bereichen wird gesteigert (vermehrte Neigung zum Chipping). Dies kann direkt auf die Inhomogenität des Materials zurückgeführt werden. Die enthaltenen Bestandteile wie Binder, Al_2O_3 , SiO_2 , Wasser und Poren sind nicht gleichmäßig verteilt. Diese Inhomogenität wirkt sich bei kleinen Strukturen deutlicher aus als bei großen Strukturen. Bild 7.4.7 zeigt ein Trennschleifarray nach dem Sintern.

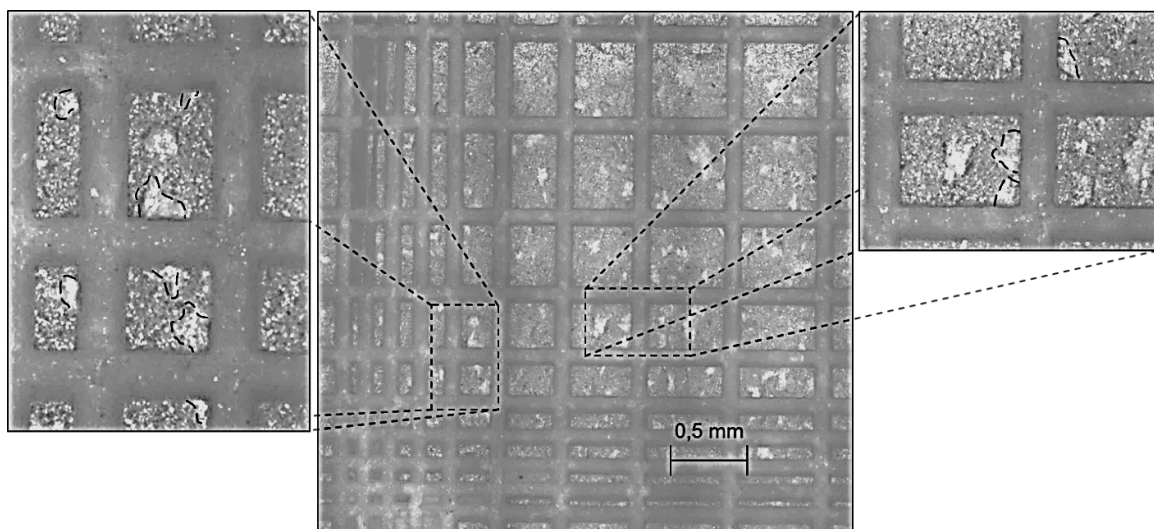


Bild 7.4.7 Beispiel der geschliffenen Strukturen durch die Al_2O_3 -Partikel in der Keramik

Hierbei wurden die Strukturen vor der finalen thermischen Behandlung eingebracht. Zu sehen ist, dass die markierten Al_2O_3 -Partikel in der Keramik durchtrennt wurden. Dies bedeutet, dass die Partikelgröße des Al_2O_3 in der Keramik keine direkte Strukturbegrenzung darstellt. Der Einfluss der Bearbeitung sorgt nicht für ein Ausbrechen dieser Partikel.

7.5. Verständnis für optimalen Trennschleifprozess

Für die mechanische Bearbeitung einer ungebrannten Keramik ist aufgrund des spröden Trennverhaltens und der geringen Härte die Kombination vorhandener Trennmodelle notwendig. Im DoE zeigte sich, dass mit zunehmender Trocknung das Prozessfenster, in dem eine gute Schnittqualität erzeugt werden kann, größer wurde. Es konnte sogar mit Vorschubgeschwindigkeiten von 5 mm/s bei einer Schnittgeschwindigkeit von 58 m/s geschnitten werden. Dies zeigt, dass die Bearbeitung hochproduktiv sein kann und das Zeitspanvolumen bei gleicher Schnittgeschwindigkeit um den Faktor 5–10 gesteigert wird. Mit der eingesetzten Trennschleifmaschine werden gesinterte Keramiken üblicherweise mit maximal 0,5-1 mm/s bearbeitet, da sonst ein Trennschleifblattbruch oder erheblicher Verschleiß eintritt. Weiterhin zeigten erste Analysen der Schnittkräfte und der wirkenden Belastungen am Diamanten, dass geringere Kräfte auf das Trennschleifblatt wirken als bei der Bearbeitung von Silizium. Die Messungen der Schnittkraft und die Berechnung der Einzelkraft pro Diamant ergaben eine Größenordnung, die auch bei der Charakterisierung mittels der Nanoindentation (10-10.000 μN) abgedeckt werden kann.

Weiterhin zeigte sich, dass sich die Aluminiumoxidpartikel, sobald alles Wasser aus der Keramik durch Trocknung entfernt ist, stärker auf den Verschleiß auswirken als in der unbehandelten Keramik. Dies wird mit der verschlechterten Wärmeleitung der getrockneten Keramik (S2-4) und mit der geringeren Mobilität der Körner in der organischen Bindung der Keramik in Verbindung gebracht. Das Trocknungsverhalten der Keramik führt zu einer Zunahme der Härte und des E-Moduls und der benötigten Energie zum Trennen. Weiterhin wurde durch die Bearbeitung nachgewiesen, dass eine kleine Diamantkörnung gut geeignet ist und sich die Spanzwischenräume des Trennschleifblattes nicht zusetzen. Die Bearbeitung zeigte jedoch auch, dass die geringe Wärmeleitung und die hohe Wasseraufnahmefähigkeit der Keramik in den Zuständen S1-4 die Kühlung des Schleifprozesses negativ beeinflusst, da vermehrt Wasser aus der Prozesszone in die Keramik übergeht. Die hier auftretenden Verschleißmechanismen sind vom erhöhten Wärmeeintrag in das Werkzeug dominiert. Mit dieser Keramik können im ungesinterten Zustand S2-4 endkonturnahe Strukturen gefertigt werden, jedoch tritt mit zunehmender Trocknung Chipping auf. Die Kantenstabilität verringert sich, da das Bindemittel Wasser nicht mehr vorhanden ist. Das Kühlwasser zum Trennschleifen reicht hier nicht aus, um dem entgegenzuwirken.

Im Bild 7.5.1 ist das Konzept für einen Stufentest zu sehen.

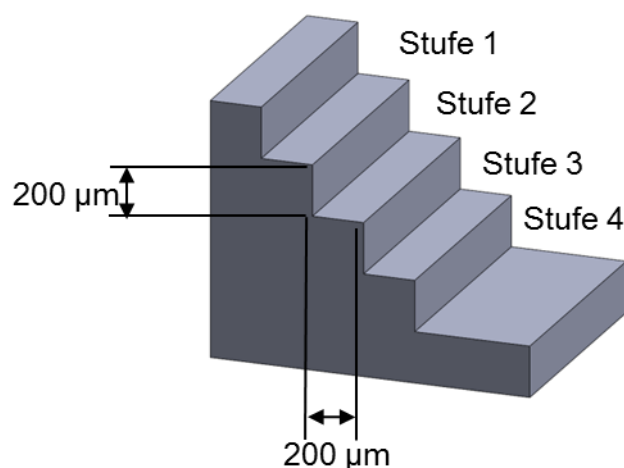


Bild 7.5.1 Prinzip des Stufentests

Das Bild 7.5.2 zeigt das Ergebnis der Evaluation der vorher entwickelten Fertigungsabfolge für eine mehrstufige Struktur. Der Höhenunterschied jeder Stufe beträgt ca. 200 µm. Diese Stufen werden jeweils in eine Probe zu den vier Trocknungszuständen S1-4 eingebracht und nach der Vermessung der Stufenhöhe gebrannt. Nach dem Brennen wird die Vermessung wiederholt, der Unterschied zur Stufenhöhe im getrockneten Zustand bestimmt und in Prozent dargestellt. Hier zeigt sich, dass die Proben im Zustand S3 und S4 nahezu keine Veränderung der Stufenhöhen aufweisen. Die Keramik in diesem Zustand kann durch diesen Prozess nahezu endkonturnah bearbeitet werden. Dies ermöglicht eine hochpräzise Strukturierung im ungebrannten Zustand, ohne mögliche negative Einflüsse aufgrund des thermischen Verzugs beachten zu müssen.

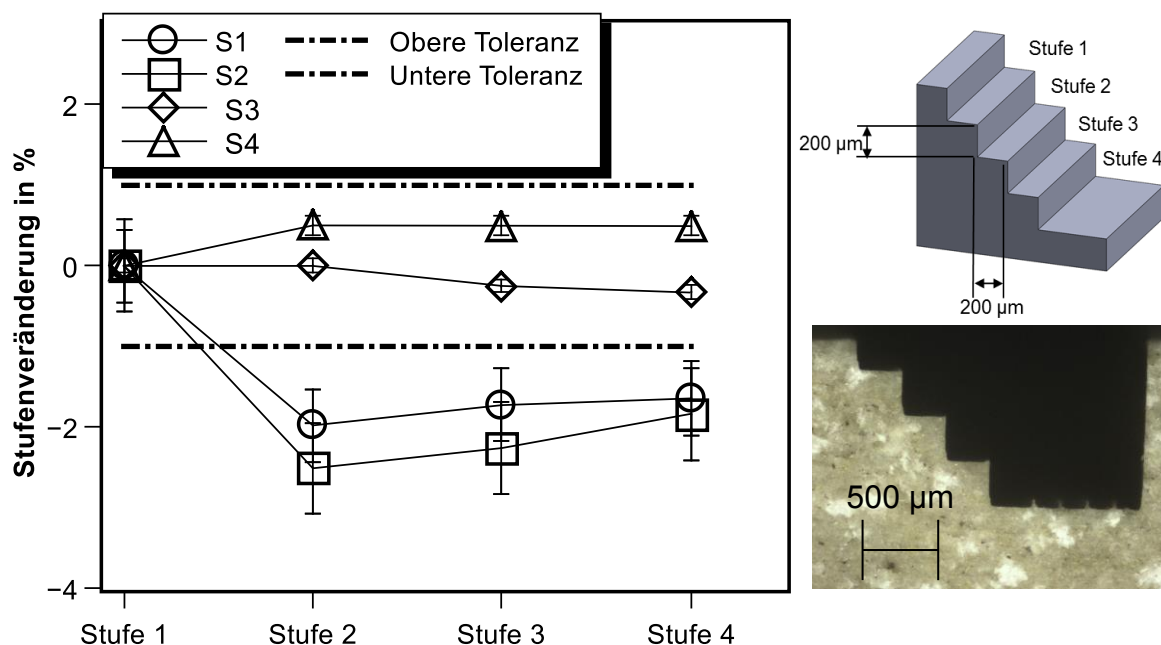


Bild 7.5.2 Stufentest auf Endkonturnähe

Um die Grenzen dieser Bearbeitungsstrategie zu testen, wurde zum Test eine lamellenartige Struktur geschliffen. In Bild 7.5.3 ist beim rechten Doppelprofil eine Profiltiefe von $1.800\text{ }\mu\text{m}$ und eine Vorschublänge von 10 mm bei einer Lamellendicke an der Oberseite von $40\text{ }\mu\text{m}$ und an der Unterseite von $50\text{ }\mu\text{m}$ erzeugt worden.

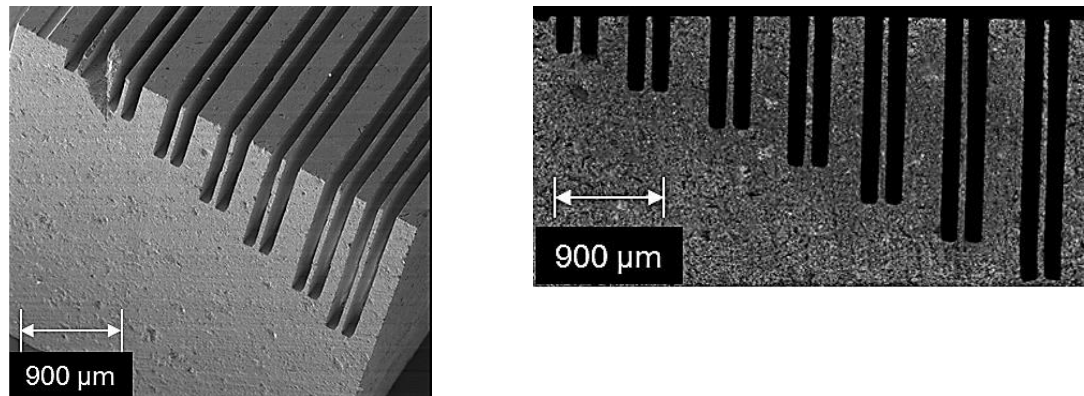


Bild 7.5.3 Lamellenstruktur nach vollständiger Trocknung (S4) und gesintert

Dies entspricht einem Aspektverhältnis von 40:1. Die Profilbreite für diese Versuche betrug $100\text{ }\mu\text{m}$ und die Diamantgröße $9\text{ }\mu\text{m}$. Diese Kombination ist für das keramische Material im gebrannten Zustand nicht verwendbar, da Trennschleifblattbruch und hoher Verschleiß eintreten würden. Um den Prozess des Strukturierens im ungebrannten Zustand in den einzelnen Stadien zu beurteilen, wurde das Ausgangsmaterial in den Zuständen S1-4 bearbeitet und diese Lamellenstruktur eingebracht. Weiterhin wurden die Strukturen vermessen, um eine Verformung (Wellenbildung) nach dem Sintern zu ermitteln. Hierbei tritt die Schrumpfung entlang der Lamelle deutlicher als Verformung zu Tage, als quer zur Vorschubrichtung.

Das Bild 7.5.4 zeigt die Versuche hinsichtlich Verwölbung als Folge der thermischen Behandlung beim Sintern und die Draufsicht vorher (v.) und nachher (n.) sowie die Seitenansicht vorher (v.) und nachher (n.). Die Strukturierung wurde nach Erreichen der jeweiligen Trocknungsstufe vorgenommen und im Nachgang gebrannt. Aufgrund der bekannten Zusammenhänge bezüglich Masseverlust und Volumenänderung ergeben sich bei ungebrannter Keramik (0 Stunden, S1) und teiltrockneter Keramik (S2-3) ab einem Aspektverhältnis von 30:1 Deformationen der Lamellenstruktur. Diese äußern sich als Verformung (eingekreiste Bereiche). Diese Verformungen sind sehr klein und diese Effekte reduzieren sich mit zunehmender Trocknung der Keramik.

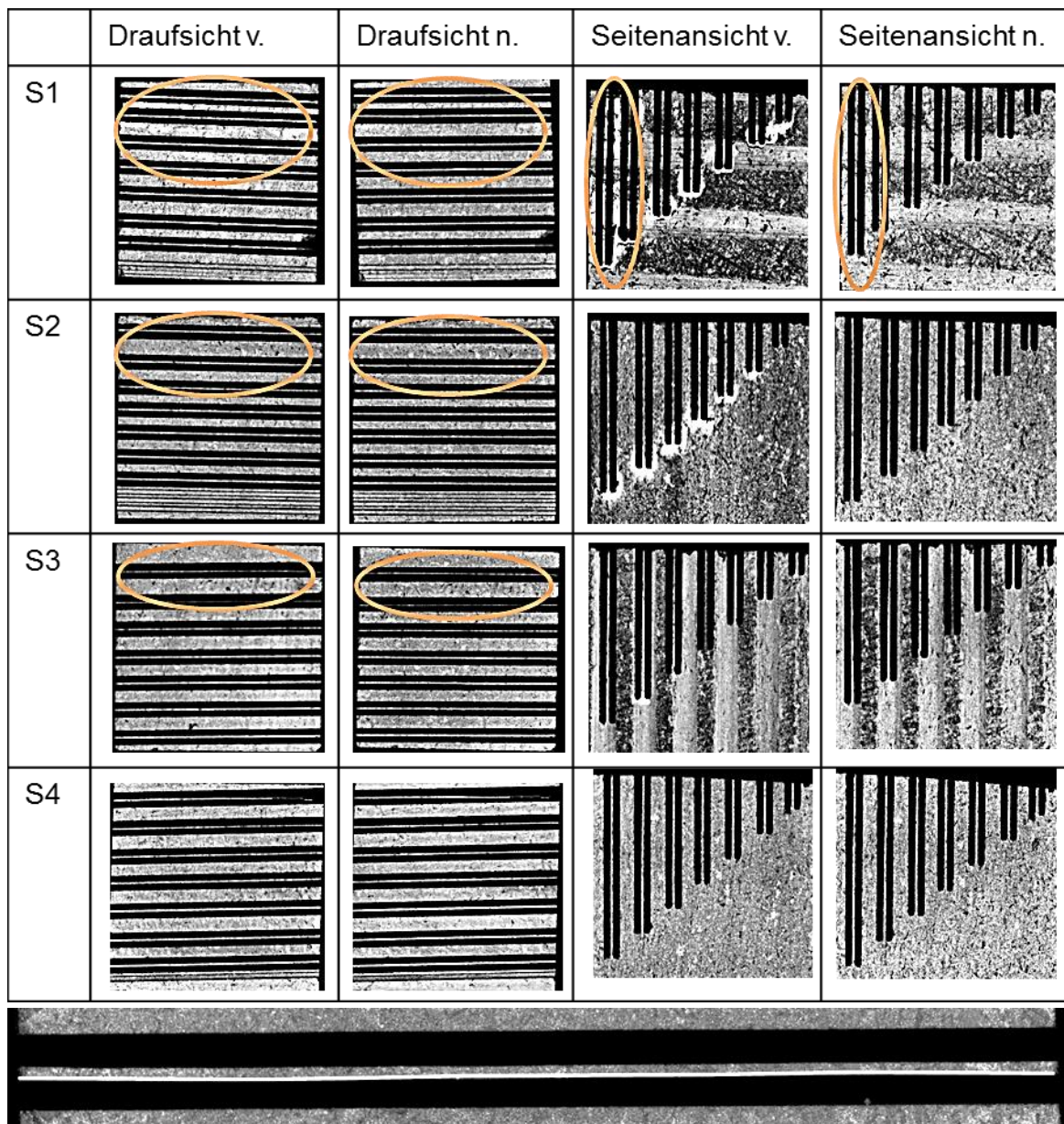


Bild 7.5.4 Lamellenversuch und Test auf Verwölbung und unten Detail zu S1

Zu sehen ist, dass die geringere Festigkeit und höhere Sprödigkeit bei völlig getrockneten Proben vermehrt zu Defekten an den Lamellen führt. Hier zeigt sich ein weiteres Kriterium der Mikrostrukturen im ungebrannten Zustand. Nicht nur das reine Aspektverhältnis einer Struktur ist von Interesse, sondern auch die Verteilung des stehen gebliebenen Volumens und dessen Verteilung in den drei Längsachsen sollte zukünftig Beachtung finden.

Die folgende Tabelle 7.5.1 zeigt die Prozessvorschriften für die Strukturierung zur Herstellung ausgewählter mikrotechnischer Strukturen bei Verwendung ungebrannter, keramischer Werkstoffe. Hierbei können hohe Aspektverhältnisse für weitere dünnfilmtechnische Anwendungen eine Rolle spielen und das Chipping hat einen großen Einfluss bei der Flächenausnutzung auf Substraten. Je größer das Chipping an der Oberseite ist, desto weiter müssen die Bauteile

auf dem Substrat voneinander entfernt und desto größer muss die minimale Strukturbreite sein (\approx doppeltes Chipping = minimale Strukturbreite). Das Kriterium des Zeitspanvolumens (viel Abtrag in kurzer Zeit) wiederum ist für eine schnelle Bearbeitung maßgebend. Das Kriterium der Endkonturnähe ist entscheidend für die Herstellung mikrotechnischer, komplexer Strukturen, da diese sonst nur mit großem Aufwand herstellbar sind. Somit sollte die Restverformung der Keramik gering und die Schnittqualität hoch sein.

Tabelle 7.5.1 Prozessvorschriften für ungesinterte Keramiken

Anforderung	Prozessparameter
Maximales Aspektverhältnis	6 Stunden trocknen, Vorschub 0,5 mm/s, 5 μ m Diamantdurchmesser, Schnittgeschwindigkeit 58 m/s
Geringste geometrische Abweichung und geringstes Chipping	6 Stunden trocknen, Vorschub 1 mm/s, 9 μ m Diamantdurchmesser, Schnittgeschwindigkeit 29 m/s
Hohes Zeitspanvolumen, robuster Prozess, geringer Verschleiß	10 Stunden trocknen, Vorschub 5 mm/s, 5 μ m Diamantdurchmesser, Schnittgeschwindigkeit 29 m/s
Endkonturnähe	10/14 Stunden trocknen, Vorschub 1 mm/s, 9 μ m Diamantdurchmesser, Schnittgeschwindigkeit 58 m/s

Die in Tabelle 7.5.1 dargestellten Prozessparameter lassen zwei grundsätzliche Zusammenhänge erkennen. Werden Stabilität und ein hohes Aspektverhältnis benötigt, ist der Zustand nach 6 Stunden Trocknung (S2) zu wählen. Dies wird mit dem in diesem Zustand ausgetriebenen, absorbierten Wasser begründet, welches nach 6 Stunden Trocknung entfernt ist. Zudem sind auch Teile des Zwischenschichtwassers aus der Keramik entwichen. Ab diesem Trocknungsgrad tritt zudem eine verminderte Dehnung nach dem Sintern auf, wo hingegen bei unbehandelter Keramik noch bis zu 2 % Volumenänderung stattfinden.

Ist jedoch Endkonturnähe gefordert, sollte eine vollständig getrocknete Keramik genutzt werden. Im Zustand „weiß“ ist auch das Zwischenschichtwasser entwichen und die Keramik kann nahezu ohne Formänderung bearbeitet werden. Hierbei ist jedoch die Kantenstabilität geringer und somit tritt vermehrt Chipping auf.

8. Modellvorstellung zum Trennschleifen spröd-weicher Materialien

Für die Ausbildung einer Modellvorstellung zum Verhalten des Materials müssen zusätzliche Untersuchungen zum Verhalten beim Trennen durchgeführt werden. Härtemessverfahren und Ritzversuche ermöglichen eine Eingliederung des Materials in eine der bekannten Materialgruppen spröd-hart oder duktil-weich.

8.1. Härte und E-Modul

Im vorhergehenden Kapitel wurde der Prozess des Trennschleifens ungebrannter Keramik mit dem Ergebnis untersucht, dass die Trennschleifkräfte pro Diamant im μN bis mN Bereich sind. Dies ermöglicht nun die Nachstellung des Trennvorgangs an einem einzelnen Diamanten in diesem Kapitel. Hierzu ist das Verfahren der Nanoindentation geeignet. Die Spitze des Indents- und Ritztests ist ein Diamant und der Kraftbereich der Versuche befindet sich im gleichen Bereich wie die zuvor ermittelten Werte. Im Folgenden werden die Kennwerte Bruchzähigkeit und kritische Spantiefe der Keramik in den Stufen S1-5 näher betrachtet. Diese geben Aufschluss auf den Übergang von duktilem zu sprödem Trennen. Da diese Werte unter anderem von Härte und E-Modul abhängen, werden die Materialkennwerte im Nanoindenter ermittelt. Dies ist wichtig für die Bestimmung und Einordnung der Keramik in das vorhandene Materialspektrum, sowie zur Berechnung notwendig. Weiterhin wirken sich diese Kennwerte auf die theoretische Betrachtung der kritischen Spantiefe und die Bruchzähigkeit aus. Die analysierten Materialien sind monokristallines Silizium [110], einfaches, silikatisches Glas (Borosilikatglas), gesintertes Siliziumkarbid und die untersuchte Pyrophyllit im ungebrannten Zustand (S1-4). Auf jeweils drei Proben wurden je 10 Messungen durchgeführt und die Materialeigenschaften durch Mittelwertbildung bestimmt.

Als erstes werden die Materialkennwerte unter dynamischen und nahezu statischen Bedingungen untersucht. Diese Messungen und Literaturwerte vergleichbarer Messungen dienen als Eingangsinformation für die Abschätzung der Bruchzähigkeit und kritischen Spantiefe. Diese beiden Werte wiederum lassen sich im späteren Kapitel praktisch durch Ritzversuche anhand des Überganges von duktil zu spröd mit den vorher berechneten Werten abgleichen. Die folgenden Messungen sollen den Einfluss eines dynamischen, impulsartigen Indent im Vergleich zu einem nicht impulsartigen Indent zeigen.

In den Bildern Bild 8.1.1 und Bild 8.1.2 ist bei Silizium und Siliziumkarbid eine Tendenz zum Anstieg der Härte und des E-Moduls mit zunehmender mechanischer Belastung erkennbar. Die Beanspruchungsgeschwindigkeit v_i wird in $\mu\text{N/s}$ angegeben und gibt die „Loading rate“ der Indentspitze wieder.

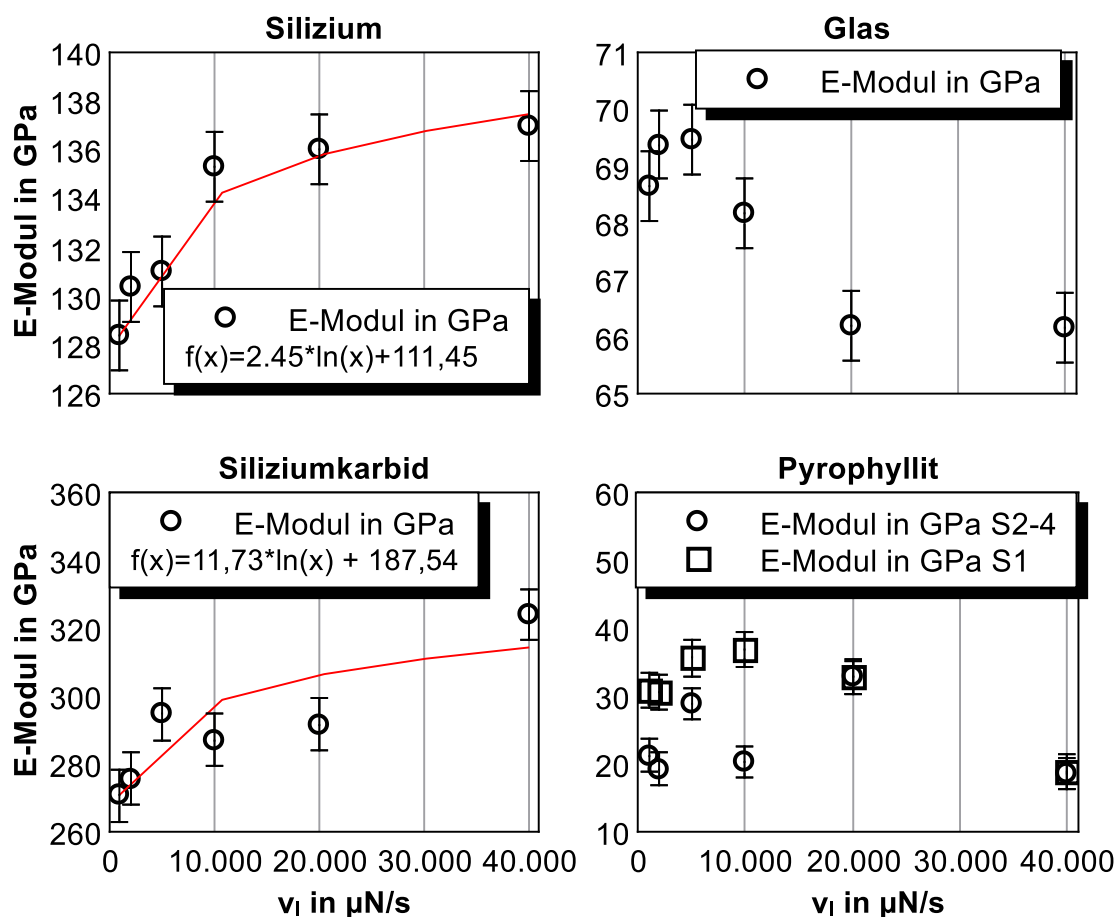


Bild 8.1.1 E-Modul ohne Haltezeit

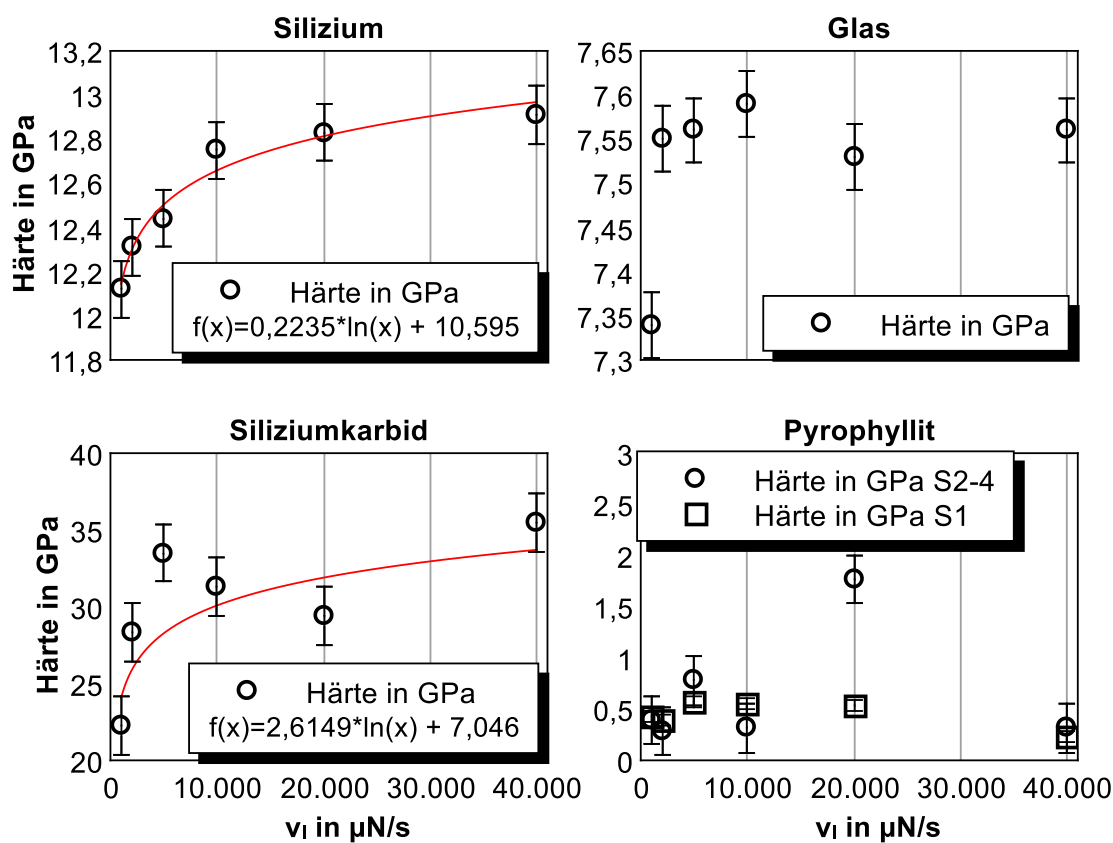


Bild 8.1.2 Härte ohne Haltezeit

Bei der ungesinterten Keramik und dem Glas sind keine Veränderungen in Abhängigkeit von der beaufschlagten Last über den Messbereich des Nanoindenters zu sehen. Dies hat bei der ungebrannten Keramik den Vorteil, dass im Folgenden ein gemittelter Wert verwendet werden kann. Jedoch muss für Silizium eine theoretische Annahme über die Prozessgeschwindigkeit beim Trennschleifen getroffen werden, da der Nanoindenter diese Vorschubgeschwindigkeiten nicht nachbilden kann.

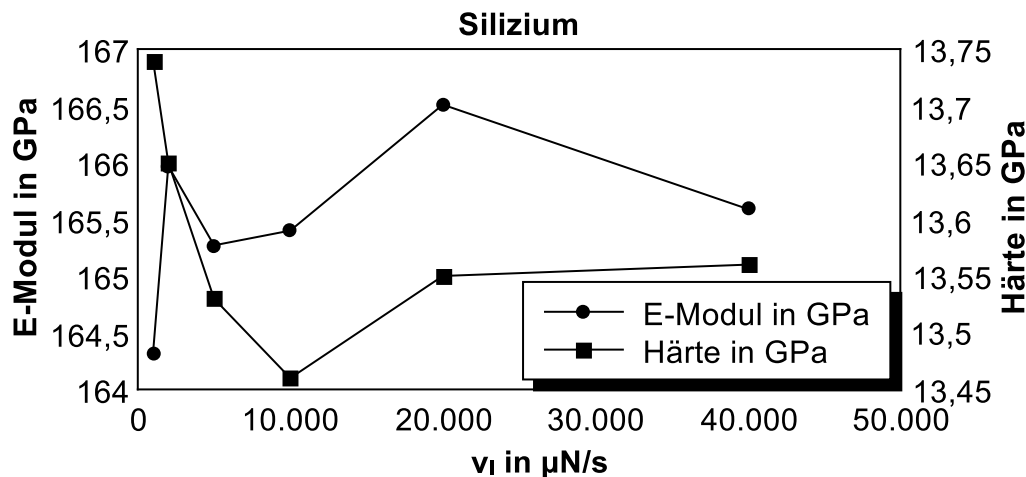


Bild 8.1.3 Silizium E-Modul und Härte mit Haltefunktion

Im Bild 8.1.3 ist zu sehen, dass der E-Modul und die Härte von Silizium ein besonderes Verhalten aufweisen. Dies wird auf die Haltezeit in der Indentfunktion zurückgeführt. In dieser Haltezeit ermöglicht die Ausbildung einer plastischen Zone das Nachgeben des Materials unter der Spitze. Dies führt zu einem tieferen Einsinken in den Werkstoff und somit zu Schwankungen der Werte aufgrund der unterschiedlichen Indentgeschwindigkeit in Kombination mit der Haltezeit. In der Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors spielen die Härte und der E-Modul eine Rolle in Bezug auf die Materialfestigkeit. Für eine Rückwirkung dieser Effekte auf die Bruchzähigkeit K_{ic} sind folgende Gleichungen von Interesse (nach [HIL06]):

$$K_{ic} = \sigma * \sqrt{\pi * a} * Y \quad (8.1.1)$$

$$\sigma = \left(\frac{2 * E * \gamma}{\pi * a} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (8.1.2)$$

K_{ic} Bruchzähigkeit

σ Mechanische Spannung

π Pi

a Theoretische Störlänge/ kritische Risslänge

E E-Modul

γ Oberflächenschädigungsfaktor

Y Geometriefaktor

Hierbei ist jedoch für nicht-kristalline Werkstoffe eine theoretische Störlänge a nicht ermittelbar. Beim kristallinen Werkstoff entspricht diese im Normalfall dem Gitterabstand der Atome. Bei ungesinterten Werkstoffen und keramischen Materialien treten diese Störungen im Material durch makroskopische Defekte wie Korngrenzen, Poren und Materialinhomogenitäten gehäuft auf. Eindeutig zu sehen ist die Abhängigkeit der Ergebnisse von den Werten der Härte und des E-Moduls. Da diese Werte jedoch nicht konstant sind und vom Indentprozess abhängen, müssen sie angepasst werden. Wie sehr sich die Schwankung der Materialwerte vor allem auf die kritische Spantiefe und den Übergang von duktil zu spröd auswirken, wird im Detail weiter beleuchtet.

Tabelle 8.1.1 Vergleich gemessener Werte (ohne Halten) mit Literaturwerten für Härte und E-Modul

	E-Modul in GPa Lit.	E-Modul in GPa gemessen	Härte in GPa Lit.	Härte in GPa gemessen
Silizium [MAS13]	130 [110]- 190 [111]	128,37-137,41	11-13	12,13-12,96
S1		0,45*		0,30*
S2-4		0,23*		0,65*
SSiC [ITK01]	350-450	268,57-311,84	22-35	25,01-34,75
Glas [ITK01]	60-80	68*	6-8	7,54*

* gemittelte Werte

Die gemessenen Werte für die Härte und den E-Modul zeigen, dass zum großen Teil eine Übereinstimmung mit den Literaturwerten gegeben ist (Tabelle 8.1.1). Diese Werte gelten nur bedingt für die effektiven Werte im Trennschleifprozess. Wie schon gezeigt wurde, sind die Kräfte in der gleichen Größenordnung wie die realen Trennschleifkräfte, jedoch zeigen die Geschwindigkeiten der beteiligten Diamanten eine große Abweichung. Um die Geschwindigkeit des Indentdiamanten zu berechnen, wird der Verlauf der Indenttiefe über die Zeit ermittelt und es kann so ein Geschwindigkeitsbereich von 10^{-7} m/s bestimmt werden (Tabelle 8.1.2). Vergleicht man nun den Geschwindigkeitsbereich für das Trennschleifen (28 - 56 m/s), ist ein erheblicher Unterschied von 10^7 auszumachen. Durch den gemessenen Zusammenhang zwischen zunehmender Indentgeschwindigkeit und kritischer Spantiefe kann man für den Indentversuch einen theoretischen Wert unter hoher Geschwindigkeit extrapolieren. Man

verwendet für die gefundenen logarithmischen Zusammenhänge den Wert der neuen Geschwindigkeit von 10^7 und berechnet für die Materialien Silizium und Siliziumkarbid die theoretischen, prozessbedingten Werte für Härte und E-Modul. Diese berechneten Werte der Materialeigenschaften sollen nun für die weitere Berechnung genutzt werden. So soll ein exemplarischer Ausblick auf die vorherrschenden Materialkennwerte unter Bearbeitungsbedingungen dargestellt werden. Um eine Abschätzung der gemachten Annahmen zu überprüfen, wird die ermittelte kritische Spantiefe mit Literaturwerten abgeglichen und bewertet.

Tabelle 8.1.2 Vergleich der Indentgeschwindigkeit und Umrechnung für Analyse

	Indenttiefe in m (gemittelt)	Geschwindigkeit in m/s
Silizium	$1,71 \cdot 10^{-7}$	$0,17-6,84 \cdot 10^{-7}$
S1	$9 \cdot 10^{-7}$	$0,9-36,0 \cdot 10^{-7}$
S2-4	$10,8 \cdot 10^{-7}$	$1,08-43,2 \cdot 10^{-7}$
Siliziumkarbid	$1,14 \cdot 10^{-7}$	$0,11-4,5 \cdot 10^{-7}$
Glas	$2,24 \cdot 10^{-7}$	$0,224-9,0 \cdot 10^{-7}$

Da die Prozessgeschwindigkeiten im Bereich von 10^1-10^2 m/s liegen, muss eine Skalierung des Indentvorganges auf die realen Prozessgeschwindigkeiten vorgenommen werden. Hierzu lassen sich mit den kalkulierten Werten für Härte und E-Modul folgende Werte ermitteln (Tabelle 8.1.3).

Tabelle 8.1.3 Gemessene und errechnete Materialwerte für Härte und E-Modul

	E-Modul in GPa gemessen	E-Modul in GPa extrapoliert	Härte in GPa gemessen	Härte in GPa extrapoliert
Silizium	128,37 - 137,41	156,58	12,13 - 12,96	14,71
SSiC	268,57 - 311,84	403,61	25,01 - 34,75	55,21

Bei dieser Berechnung der prozessbedingten Materialeigenschaften fällt der Unterschied bei Siliziumkarbid deutlicher aus als bei Silizium. Hierfür gibt es zwei bedeutende Gründe:

- Unterschiedliche Rauheit der Oberfläche beim Indentieren (Streuung der Werte)
- Unterschiedliche Materialzusammensetzung und somit verändertes Verhalten der plastischen Zone (Korngrenzen im polykristallinen gesinterten Werkstoff)

Da das Silizium monokristallin ist, stellen sich Fehlstellen oder Versetzungen nur sehr lokal ein und dominieren nicht die Materialstruktur. Dies ist jedoch der Fall bei gesinterten Werkstoffen. Hierbei spielen die Korngrenzen des ehemals pulverförmigen Werkstoffes eine entscheidende Rolle. Die Hohlräume und Grenzflächen der einzelnen Körner bilden einen erhöhten Widerstand gegenüber der mechanischen Verformung. Mit diesen theoretischen und gemessenen Werten kann eine Abschätzung des Spannungsintensitätsfaktors und der kritischen Spantiefe abgeleitet werden. Aufgrund der vielfältigen Messmethoden zur Gewinnung des K_{IC} -Faktors werden hier nur die Literaturwerte genutzt. Für Werkstoffe wie Silizium und Glas (Borosilikatglas) gibt es Untersuchungen zu diesen Werten. Für die Werte der ungebrannten Keramik werden folgende Werte genutzt (Tabelle 8.1.4).

Tabelle 8.1.4 Bruchzähigkeit und Oberflächenschädigungsfaktor [BIF91]

	Bruchzähigkeit in $\text{N/mm}^{3/2}$	Oberflächenschädigungsfaktor γ
Silizium	1.4	0,15
S1	0.2	0,15
S2-4	0.2	0,15
SSiC	3	0,15
Glas	0.7	0,15

Für eine Rückwirkung dieser Effekte auf die kritische Spantiefe $h_{cu,krit}$ ist folgende Gleichungen von Interesse (nach [BIF91]):

$$h_{cu,krit} = \gamma * \left(\frac{E}{H}\right) * \left(\frac{K_{IC}}{H}\right)^2 \quad 8.1.3$$

$h_{cu,krit}$ kritische Spantiefe

γ Oberflächenschädigungsfaktor

E E-Modul

H Härte

K_{IC} Bruchzähigkeit

Um nun die kritische Spantiefe für den Übergang zwischen duktilem und sprödem Trennverhalten zu bestimmen, wird die Realhärte aus der Messung in eine Vickershärte umgerechnet. Der Faktor hierzu ist 0,094 [FIS11] (Tabelle 8.1.5). Diese ergibt sich aus den unterschiedlichen Geometrieverhältnissen zwischen einer Vickersspitze (vierseitige Pyramide Flankenwinkel 68°) und einer Berkovic Spitze (dreiseitige Pyramide Flankenwinkel 65°). Der E-Modul wird in MPa überführt und somit ergeben sich folgende Werte.

Tabelle 8.1.5 Umgerechnete Werte für Härte und E-Modul für die nachfolgende Bestimmung der kritischen Spantiefe

	Härte in HV	E-Modul in MPa
Silizium	1.146,28 - 1.390,1	128.370 - 137.410
S1	28,35	45.000
S2-4	65,00	23.000
SSiC	2.363,45 - 5.217,35	268.570 - 403.610
Glas	713,5	68.000

Man kann mit diesen Werten eine Übersichtsrechnung für die kritische Spantiefe $h_{cu,krit}$ vornehmen. Für Siliziumkarbid zeigte dieses Verfahren aufgrund der Oberflächenrauheit von gesintertem Siliziumkarbid eine erhebliche Abweichung und ließ keine entsprechende Tendenz der Materialkennwerte zu, die es ermöglicht, eine kritische Spantiefe eindeutig zu bestimmen.

Bild 8.1.4 zeigt das Ergebnis zur Berechnung der kritischen Spantiefe unter den gemessenen Werten für Härte und E-Modul. Die Beanspruchungsgeschwindigkeit v_I wird in $\mu\text{N/s}$ angegeben und gibt die „Loading rate“ der Indentspitze wieder.

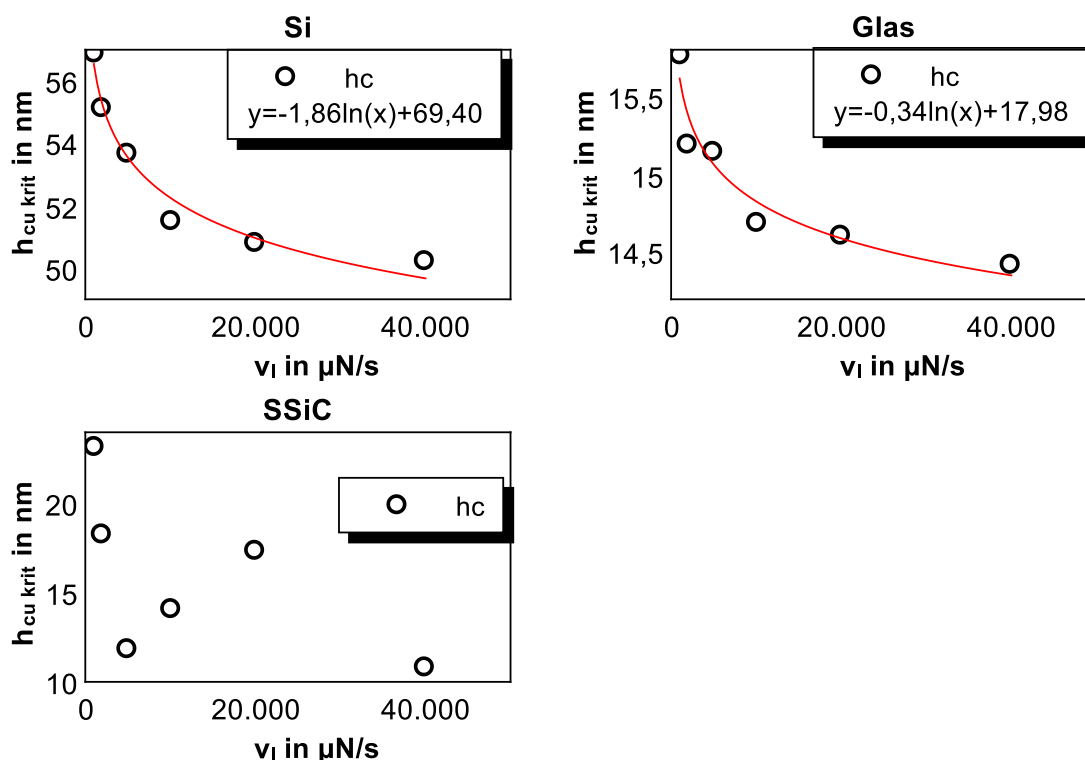


Bild 8.1.4 Vergleich der berechneten kritischen Spantiefe für Silizium und Glas in Abhängigkeit von der Beanspruchungsgeschwindigkeit

Nimmt man nun Literaturwerte für Silizium hinzu, ergibt sich eine Korrelation der Werte mit den unten aufgeführten Quellen (Tabelle 8.1.6). Die in dieser Arbeit genutzten Radien von Indent und Ritzspitze betragen 80 nm für den Indent und 1 μm für die Ritzspitze.

Überträgt man die Erfahrungen zum Verlauf dieser Kurve auf die Wahl der Prozessgeschwindigkeit beim Trennschleifen, kommt man auf einen Wert der kritischen Spantiefe von ca. 40 nm für Silizium und 12 nm für Glas. Hierbei spielen Prozessbedingungen keine Rolle. Inwiefern sich mögliche andere Prozesseinflüsse auswirken, wird im Kapitel 8.3 erörtert. Da keine prozessabhängigen Materialkennwerte der Keramik ausgemacht werden, wird die kritische Spantiefe mit ca. 2.000-4.000 nm nur mit einem gemittelten Wert berechnet. Dieser Wert müsste beim Übergang während der Ritztests angedeutet werden können.

Der Prozess, mit dem die Werte der Tabelle gewonnen wurden, ist entscheidend für die Bestimmung der kritischen Spantiefe. Die genutzten Fertigungsverfahren in der folgenden Tabelle 8.1.6 sind Drehen und Schleifen/Polieren, sowie der Einsatz von Diamant und kubischem Bornitrid (CBN). Deutlich zu sehen ist die Verfahrensabhängigkeit der kritischen Spantiefe. Je nach Fertigungsverfahren, Verfahren und eingesetztem Schneidstoff wurden unterschiedlichste Spantiefen ermittelt. Dies soll den Einfluss der Kennwertermittlung nochmals darlegen und den Einfluss der Prozessparameter bei der Messung von Härte und E-Modul herausstellen.

Tabelle 8.1.6 Vergleich der kritischen Spantiefe für Si in der Literatur

Quelle	Kritische Spantiefe	Prozessbedingungen
[CON01]	110 nm, Radius Diamant 0,72 mm	fly-cutting, ähnlich dem Trennschleifen, 0-500 U/min
[YOU07]	20-40 nm, Radius Diamanten 40 μm (Mesh 375)	Oberflächenpolieren, Werkzeugrotation 2.400 U/min, Werkstückrotation 200 U/min
[ARI12]	80-100 nm, Radius CBN 600 nm	Nutenfräser, 3.000 U/min,
[YAN02]	84-210 nm, Radius Diamant 1,25 mm	Drehen, Schnitttiefe 2 μm , Vorschub 20 $\mu\text{m}/\text{U}$
[PEN15]	40-120 nm, Radius Diamant nicht beschrieben	fly-cutting, ähnlich dem Trennschleifen, vergleichbar mit [CON01]

8.2. Ritztests

Im Folgenden Bild 8.2.1 ist das Auswerteprinzip zu den Ritztests dargestellt. Es werden die verschiedenen Kräfte und Geschwindigkeiten eingestellt, um das Verhalten zwischen duktil und spröd zu variieren. Mittels eines Oberflächenprofils entlang des Ritzes, lässt sich am Übergang zwischen duktil und spröd ein deutlicher Unterschied messen (starke Profilschwankungen). Es zeigt sich, dass mit abnehmender Geschwindigkeit bei gleicher Kraft der Anteil des duktilen Verhaltens steigt. Die plastische Zone kann reagieren und die Belastung kann im Material verteilt werden. Die dargestellten Profilkurven zeigen die Eindringtiefe der Spitze beim Ritz. Sobald die Zone des spröden Abtragverhaltens erreicht wird, steigt die Ritztiefe deutlich an.

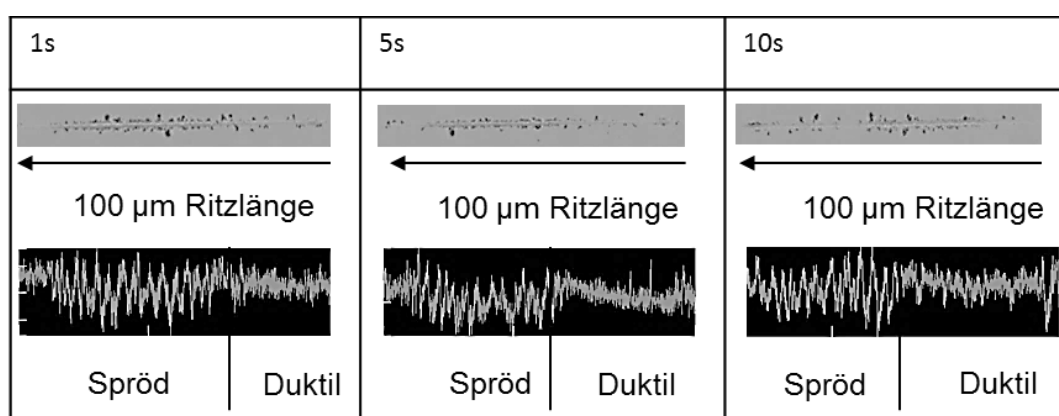


Bild 8.2.1 Auswertung und der Darstellung des Ritztests für Silizium 1.000 µN

Die Ritztiefe im duktilen Bereich liegt bei ca. 30 nm und darunter. Der Übergang zum spröden, raueren Bereich schließt sich direkt an und liegt bei 50 nm und mehr. Diese beiden Werte korrelieren mit den Literaturwerten aus dem vorherigen Kapitel. Hierbei ist erkennbar, dass ein Einfluss der Prozessgeschwindigkeit auf Härte und E-Modul besteht. Für die anderen Werkstoffe wird ein ähnliches Verhalten erwartet.

Im Folgenden werden die Ergebnisse für diesen Übergang in % von der Ritzlänge angegeben. So soll der Zusammenhang verschiedener Materialien wie Silizium, Glas und der Keramik in ihren verschiedenen Zuständen (S1-5) untersucht werden. Die verwendeten Prozessparameter sind in der folgenden Tabelle 8.2.1 dargestellt.

Tabelle 8.2.1 Parameter für die Ritzversuche

	Silizium	Glas	S1	S2-4
Kraft in µN	1.000	1.000	1.000	1.000
Ritzzeit	1, 5 und 10 s	1, 5 und 10 s	1, 5 und 10 s	1, 5 und 10 s

Die ausgewählten Kräfte wurden bei 1.000 μN angesetzt, da die weichen Materialien in ungebrannter Form bei zu großen Kräften die 5 μm Ritztiefe überschritten haben. Im Folgenden sind die Ergebnisse für die vier Materialgruppen aufgezeigt. In Bild 8.2.2 ist für die Materialien Silizium [110] und normales Silikatglas zu sehen, dass es je nach Ritzzeit bei gleicher Kraft zu einem unterschiedlichen Ritzbild kommt.

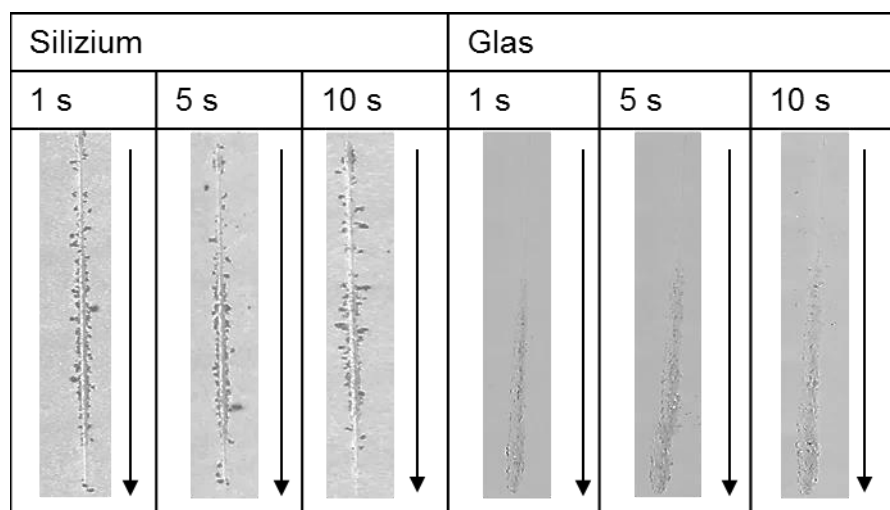


Bild 8.2.2 Darstellung der Ritzspur für 1.000 μN in Silizium und Glas

Für Silizium sind die Unterschiede markanter als für Glas. Dies lässt sich mit der Härte und dem E-Modul erklären. Die Analyse des genauen Überganges zwischen duktilem und sprödem Verhalten wird in diesem Kapitel später eingehend interpretiert. Für die im Bild 8.2.3 dargestellten Aufnahmen ungebrannter Keramik zeigt sich, dass bei 1.000 μN Ritzkraft ein erhebliches Bruchverhalten aufgezeigt werden kann. Es zeigt sich ein Übergang von teils duktilem zu sehr sprödem, von starken Ausbrüchen begleitetem Ritzen. Jedoch zeigen sich keine Abhängigkeiten von der unterschiedlichen Ritzzeit.

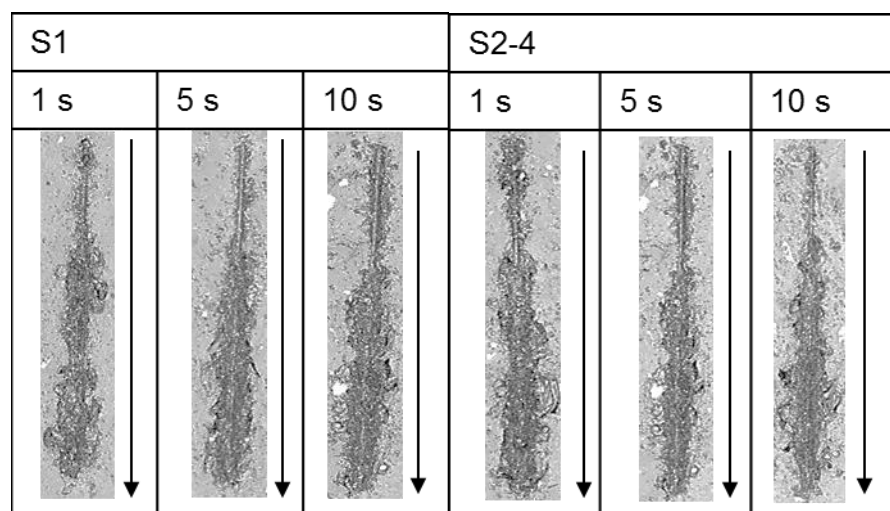


Bild 8.2.3 Darstellung der Ritzspur für 1.000 μN in S1 und S2–4

Um nun die optischen Eindrücke durch Messungen zu hinterlegen und den Übergang von duktilem zu sprödem Ritzen zu definieren, werden im folgenden Diagramm für eine Ritzkraft von 1.000 μN die prozentualen Anteile an duktilem und sprödem Ritzweg angegeben. Hierbei ist jedoch für die Materialien Glas und Silizium die optische Charakterisierung gerade noch ausreichend, um einen Unterschied zwischen duktil und spröd vornehmen zu können. Es können zwei Verfahren für die Messung der Anteile von duktil und spröd durchgeführt werden. Zum einen optisch durch den Abgleich der Ausbrüche am Rand des Ritzes und zum anderen durch die Messung der Rauheit im Ritz. Bei beiden Ritzstrecken markiert ein deutlicher Anstieg der Rauheit den Übergang von duktilem zu sprödem Ritzen.

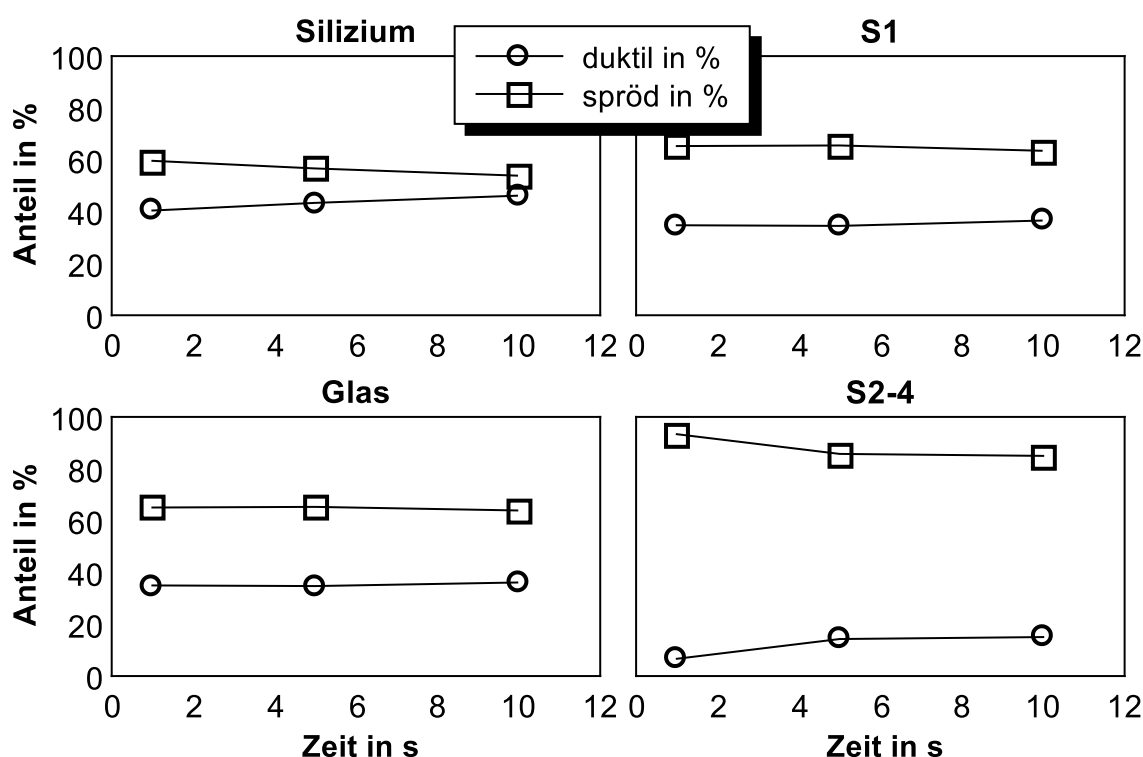


Bild 8.2.4 Vergleich des Überganges duktil zu spröd für 1.000 μN Ritzkraft

Bild 8.2.4 zeigt den gemessenen Anteil des jeweiligen Ritzweges. Hierbei ist bei Silizium ein zunehmendes 50%/50% Verhältnis von duktilem und sprödem Ritzweganteil (100% gesamte Ritzweglänge) auszumachen. Die Ritztiefe wird parallel in der Anlage aufgezeichnet und ermöglicht die Ritztiefe beim Übergang von duktil zu spröd zu bestimmen. Für die Keramik im Zustand S1 zeigt sich über die drei Ritzzeiten ein konstantes Verhältnis (duktiler zu spröder Ritzweganteil) von ca. 35%/65%. Glas zeigt eine ähnliches Verhalten und keine Abhängigkeit von der Ritzzeit. Die getrocknete weiße Keramik zeigt ein stark sprödes Verhalten mit ansteigendem duktilem Anteil, der jedoch deutlich unter dem der unbehandelten, grünen Keramik bleibt. Die Ritztiefe zum Zeitpunkt der Übergänge liegt bei Silizium und Glas deutlich unter 50 nm unter diesen Versuchsbedingungen. Für die Keramik in den Zuständen (S1-4) liegt die

Ritztiefe im Bereich von 0,5-1 μm . Zu sehen ist hierbei auch der Einfluss der starken Materialinhomogenität der unbehandelten und getrockneten Keramik auf das Trennverhalten. Diese Effekte wurden auch in der Kraftmessung beim Trennschleifen deutlich.

Im folgenden Bild 8.2.5 ist der Verlauf der Anteile duktil zu spröd für Silizium über verschiedene Ritzkräfte aufgetragen.

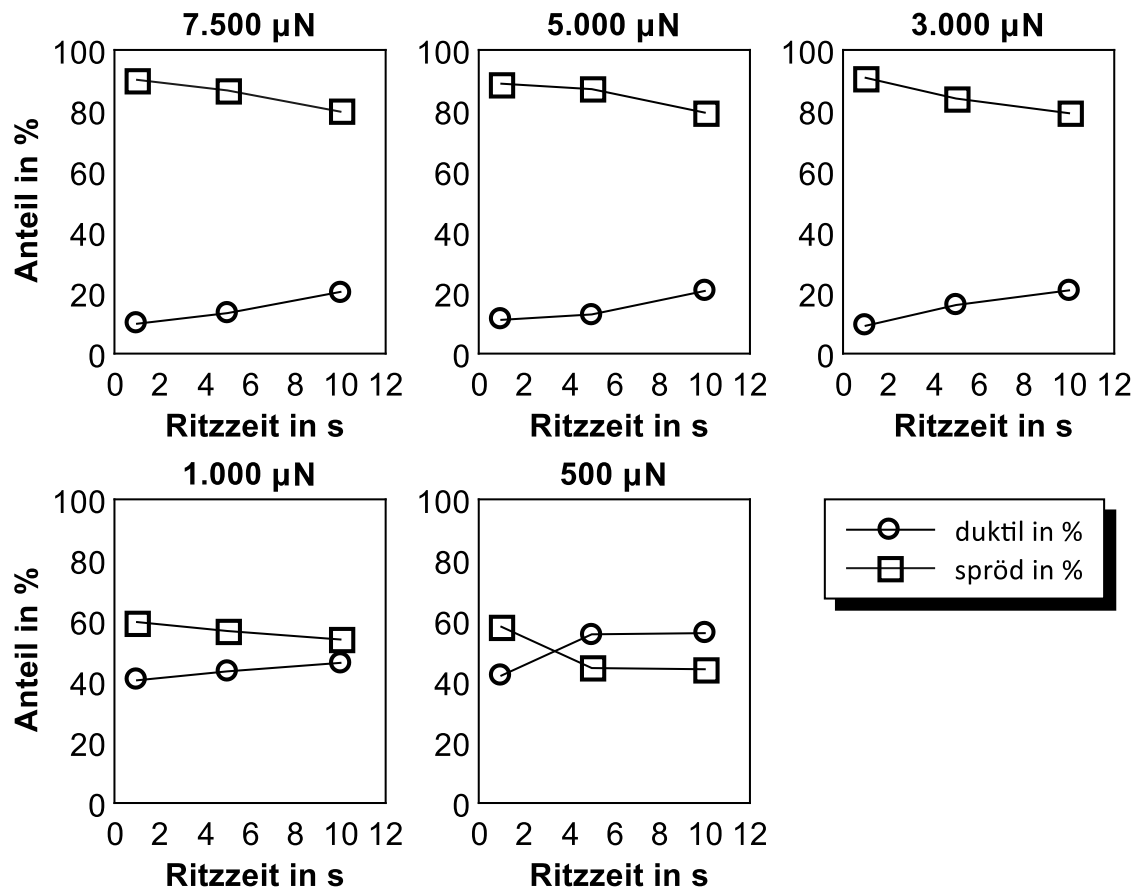


Bild 8.2.5 Anteil des duktilen und spröden Bruchbereichs in Silizium

Auffällig ist, dass sich mit abnehmender Kraft und zunehmender Ritzzeit beide Anteile (Duktil und Spröd) soweit annähern, dass bei Ritzkräften von 500 μN und einer Ritzzeit von 10 Sekunden sogar der duktile Anteil überwiegt. Aufgrund der sehr geringen Ritztiefen und dem immer größer werdenden elastischen Anteil wirken kleinste Welligkeiten und Unebenheiten der Oberfläche im nm-Bereich einer aussagekräftigen Analyse unterhalb von 500 μN entgegen. Nimmt man nun diese Information und erstellt eine Übersicht über das Auseinanderdriften der beiden Trennregime als Funktion der Kraft, sieht das Ergebnis wie folgt aus (Bild 8.2.6).

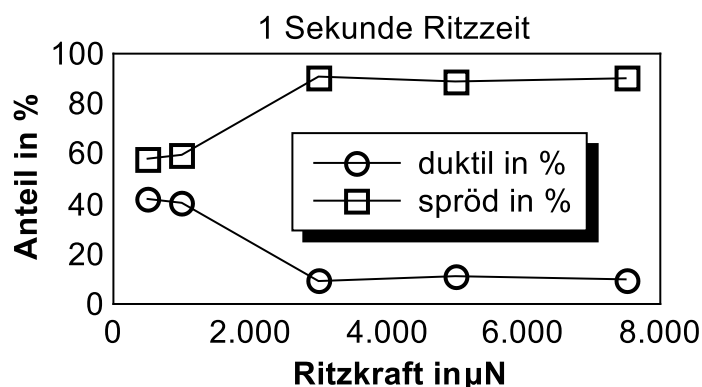


Bild 8.2.6 Auseinanderdriften von duktil zu spröd mit zunehmender Ritzkraft

Dieses Verhalten zeigte nur das Vergleichsmaterial Silizium. Glas und die Keramik (S1-4) zeigen dieses ausgeprägte Verhalten nicht. Diese Eigenschaftsunterschiede wirken sich schlussendlich auf die Annahmen für mögliche Bearbeitungsbedingungen aus (duktiles Trennen, Sprödbbruchneigung etc.). Um das Verhalten der ungebrannten Keramik bei diesen Ritztests zu evaluieren, wurden die folgenden Versuche durchgeführt. Die Vorschubgeschwindigkeit und Ritzweg werden konstant gehalten, die Ritzzeit jedoch wird zunehmend verkürzt.

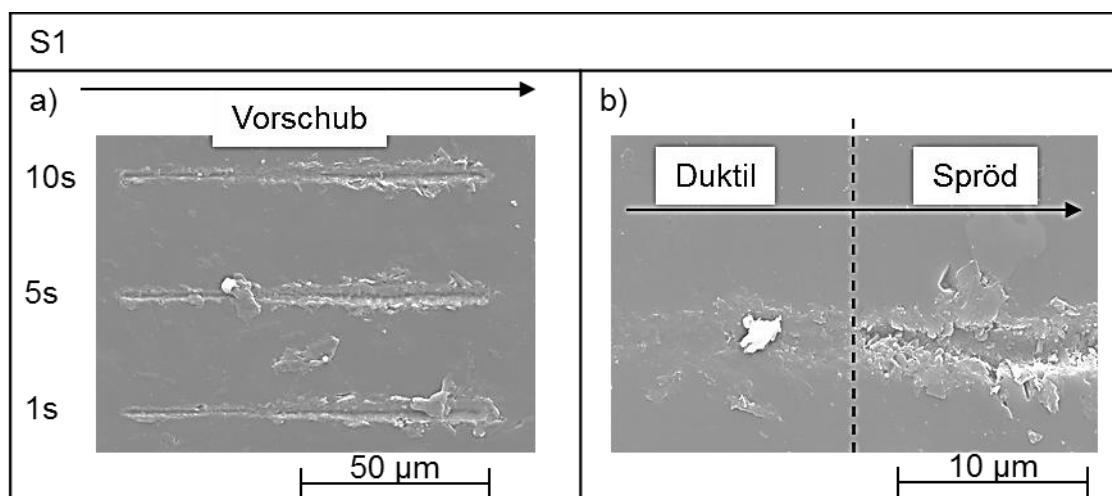


Bild 8.2.7 REM-Aufnahmen Ritzspur Pyrophyllit S1 für 1.000 μN Detailaufnahme des Überganges

Das Bild 8.2.7 zeigt drei aufgenommen mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) Ritztests mit 1.000 μN . Hierbei ist das deutliche Bruchverhalten beim Ritz zu sehen, sobald eine gewisse Kraft bei konstanter Vorschubgeschwindigkeit erreicht wird. In Bild 8.2.7b) ist der Übergang zwischen Duktil und Spröd dargestellt und durch ein deutliches Ausbrechen begleitet. Der duktile Bereich ist sehr kurz und selbst geringe Kräfte führen zu einer erheblichen Verformung.

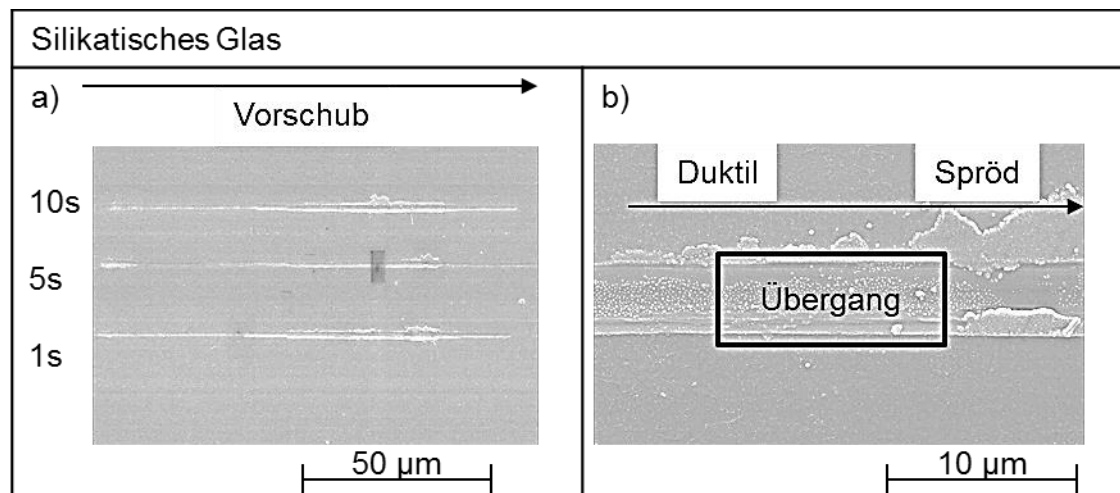


Bild 8.2.8 a) REM-Aufnahmen Ritzspur Silikatglas für 1.000 μN , b) Detailaufnahme des Überganges (Zone)

Die Aufnahmen in Bild 8.2.8 zeigen den gleichen Versuch mit Glas. Hierbei ist der Übergang deutlich schlechter auszumachen und viel schwerer zu vermessen. Der Übergang ist durch eine leichte Aufwölbung an den Rändern und eine Änderung in der Ritztiefe zu erkennen. Die unterschiedlichen Ritzzeiten zeigen keinen signifikanten Zusammenhang.

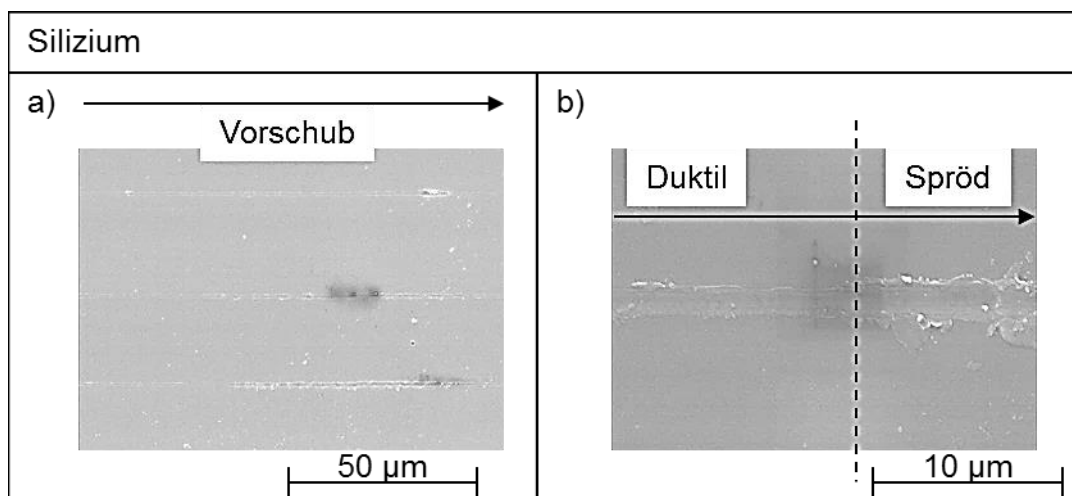


Bild 8.2.9 a) REM-Aufnahmen Ritzspur Silizium für 1.000 μN mit b) Detailaufnahme des Überganges

Diese Aufnahmen (Bild 8.2.9) zeigen Silizium und den Übergang zwischen duktil und spröde. Dieser Übergang ist etwas deutlicher zu erkennen und ist durch die Aufwölbungen am Rand charakterisiert. Bei gesteigerten Kräften konnten jedoch noch keine Ausbrüche mit dem Nanoindenter provoziert werden, die für deutliches sprödes Verhalten zusätzlich charakteristisch sind.

8.3. Modellvorstellung zum Trennverhalten spröd-weicher Werkstoffe

Die in diesem Kapitel ermittelten Eigenschaften ungebrannter Keramiken weichen deutlich von den beiden Kategorien spröd-hart und duktil-weich ab. Diese Werkstoffe besitzen einen sehr kleinen, duktilen Trennbereich, der durch herkömmliche Modelle nicht erfasst ist. Für die reine Berechnung der kritischen Spantiefe, ab der ein Übergang duktil-spröd auftritt, zeigte sich für Pyrophyllit im Zustand S1-4 kein zufriedenstellendes Ergebnis. Hier sind die Zusammenhänge noch nicht gänzlich erfasst. Aufgrund der nichtvorhandenen Ordnung, dem hohen Anteil an Wasser, Poren und Binderbestandteilen sind Untersuchungen wie die Nanoindentation von Vorteil, solche theoretischen Betrachtungen bei der Etablierung neuer Werkstoffe zu untersuchen.

Es zeigte sich, dass gut erforschte Werkstoffe wie Silizium und Glas geschwindigkeitsabhängige Materialkennwerte aufweisen. Der E-Modul, die Härte und damit die kritische Spantiefe können je nach Prozess andere Werte annehmen. Dies könnte eine Antwort geben, warum in den genannten Quellen je nach Bearbeitungsverfahren unterschiedliche Übergänge von duktil zu spröd gefunden wurden. Die Reduzierung der Versuche auf die Variation der Geschwindigkeit und der Kraft zeigt auch, dass die ermittelten Übergänge (Duktil zu Spröd) in den durchgeführten Ritztests dieser Arbeit den aus der Literatur bekannten Werten entsprachen. Das Verhalten des Werkstoffes kann so nach Bewertung des Prozess-E-Moduls, der Prozesshärte und dem Übergang von duktil zu spröd in seinen Grenzen (Umgebung im Nanoindenter) abgebildet werden.

Es zeigt sich, dass die spröd-weichen Werkstoffe, wie ungebrannte Keramiken, in dieser Arbeit keine erkennbaren Tendenzen zur Veränderung der Materialwerte als Funktion der Bearbeitungsparameter zeigen. Allein der gemittelte Unterschied zwischen S1, S2-4 und S5 kann bestimmt werden.

Diese Materialien verhalten sich so spröde wie Glas. Die Versuche der Nanoindentation und der Ritztests zeigen sogar eine höhere Sprödbbruchneigung an. Diese Eigenschaft gekoppelt mit geringer Härte sorgt jedoch dafür, dass die Bearbeitung und die Effizienz der Fertigung im Vergleich zu hochfester, gesinterter Keramik deutlich ansteigen. Generell gilt eine duktile Bearbeitung von Werkstoffen als werkzeugverschleißend und ist durch präzise Fertigungsprozesse mit geringen Zeitspannvolumina erreichbar. Um die duktile Bearbeitung zu ermöglichen, müssten somit die Prozessparameter derart gesenkt werden, dass die Prozesszeit erhöht und durch die höheren Kräfte bei der Bearbeitung das Werkzeug stärker verschlissen wird [MAT05]. Eine duktile Bearbeitung ist bei diesem Material nur durch deutlich unproduktivere Fertigungsprozesse zu gewährleisten, da die kritische Spantiefe sehr gering ist. Die entstehende Schnittqualität der spröden Bearbeitung im ungebrannten Zustand ermöglicht jedoch eine gute Oberfläche, ohne den Bereich der duktilen

Bearbeitung einhalten zu müssen. Eine Abweichung von einer Prozesseinstellung nach der Faustformel „duktile Bearbeitung = gute Schnittqualität bei Keramiken“ ist somit möglich.

Das Bild 8.3.1 zeigt exemplarisch, wie sich die Indentkurve mit zunehmendem Sintern von Pyrophyllit verhält und den Vergleich mit schon dokumentierten Werkstoffen. Es ist zu sehen, dass die eingeschlossene Fläche mit zunehmender Trocknung zunimmt (vergrößerte Poren, geringe Haftung der Schichten des Pyrophyllits), was auf erhöhte plastische Verformung schließen lässt. Unbehandelte, grüne Keramik (S1) besitzt einen höheren Widerstand gegenüber der Verformung durch den Indent, da das Zwischenschichtwasser dämpfend auf die Krafteinwirkung wirkt. Dieser Effekt ist bei getrockneter, weißer Keramik (S2-4) nicht mehr vorhanden. Die Aussage über die möglichen Zeitspanvolumina können mit bekannten Indentkurven von Werkstoffen mit definierten Zeitspanvolumen verglichen und bewertet werden. Ungebrannte Keramiken besitzen im Gegensatz zu gebrannten Keramiken das Potential zu sehr hohen Zeitspanvolumina bei gleicher eingebrachter Trennarbeit.

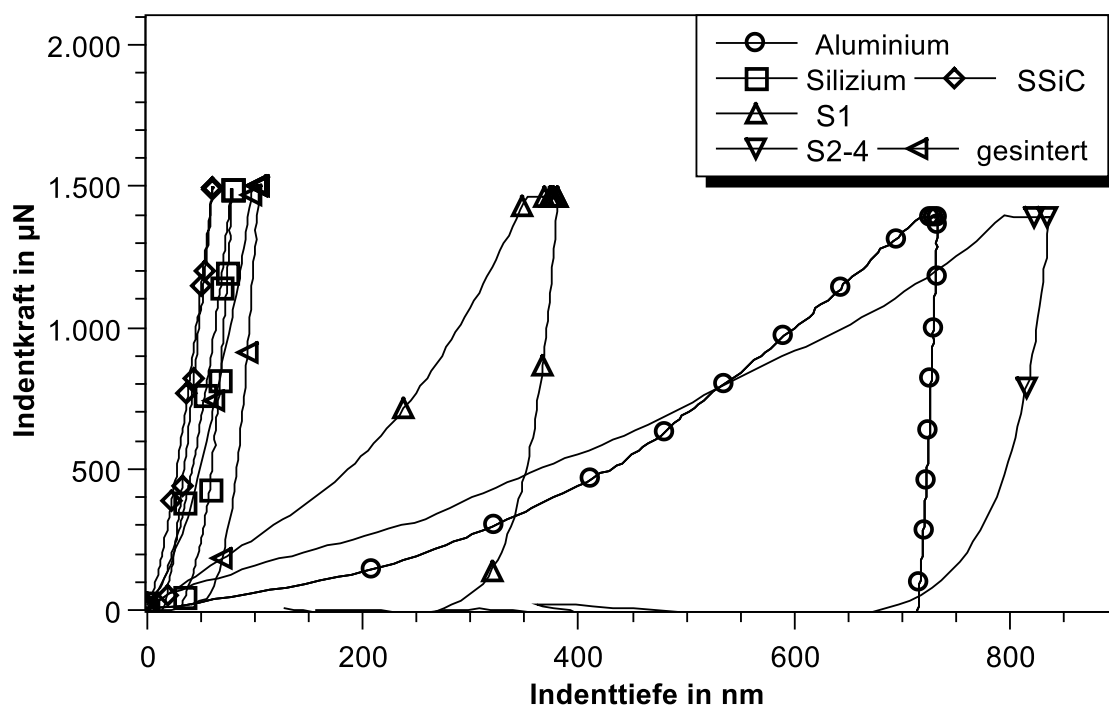


Bild 8.3.1 Vergleich Indentkurven Keramik, Kristall und Metall

Um den Zusammenhang und die Eingliederung zu erleichtern, sind im Bild 8.3.1 die Kurven für bekannte Werkstoffgruppen zusätzlich aufgeführt. Die Kurven für die ungebrannten Keramiken S1 und S2-4 verhalten sich ähnlich den Kurven für Metalle (großer plastischer Bereich). Jedoch sind die eingeschlossenen Flächen unter der Funktion größer als bei Metallen. Das deutet auch hier wieder auf einen hochproduktiven Prozess hin, keramische Materialien im ungebrannten Zustand zu bearbeiten.

Eine neue Einteilung sollte vorgenommen werden, wie in Tabelle 8.3.1 vorgeschlagen. Hierbei sind die spröd-harten und duktil-weichen Werkstoffe durch die Literatur beschrieben. Die Eigenschaften bezüglich des Trennverhaltens der ungebrannten Keramiken befinden sich zwischen beiden Trennmechanismen. Der Werkstoffzustand entscheidet maßgeblich, welche Trennmechanismen angewandt werden können und wie eine Abschätzung mittels theoretischer Kennwerte wie z. B. kritische Spantiefe und Bruchzähigkeit sinnvoll sind. Diese neue Kategorie mit weichen, aber spröden Werkstoffen zeigt in diesen Versuchen eine vielversprechende mechanische Bearbeitung an. Durch die Möglichkeit der Bewertung durch die Nanoindentation ist es möglich, Fertigungspotenziale durch mechanische Eigenschaften wie Härte und E-Modul qualitativ vorherzusagen.

Tabelle 8.3.1 Eigenschaften der drei Trennmechanismen

Spröd-hart [SAL07]	Spröd-weich	Duktil-weich [SCH13]
Geringe plastische Verformung	Gesteigerte plastische Verformung	Gesteigerte plastische Verformung
Hohe Härte	Reduzierte Härte	Reduzierte bis mittlere Härte
Rissneigung	Neigung zur Kompression aufgrund von Poren und Wasser	Reduzierte Rissneigung
Einzelkorn entscheidend	Einzelkorn bei harten Bestandteilen und Gesamtkraft entscheidend	Gesamtkräfte entscheidend
Mittlere elastische Verformung	Reduzierte elastische Verformung	Gesteigerte elastische Verformung

Die hier gefundenen Zusammenhänge der prozessbedingten Materialkennwerte Härte und E-Modul konnten mittels Nanoindentation bewertet werden. Hierbei wurden für die Werkstoffe Silizium und Glas eindeutige Trends ausgemacht die mit der Literatur korrelieren. Für ungebrannte Keramiken jedoch sind die aktuellen Berechnungsmöglichkeiten nicht ausreichend. Hierbei bedurfte es aufgrund der Auswirkungen der hohen Sprödigkeit in Kombination mit sehr geringer Härte einer neuen Einteilung zwischen Spröd-hart und Duktil-weich. Die Möglichkeit mittels Nanoindentation und Ritztests mögliche Bearbeitungsfenster der duktilen oder spröden Bearbeitung von Werkstoffen unabhängig von genutzten Bearbeitungsverfahren zu bestimmen, kann mit den Grundlagen in diesem Kapitel angestrebt werden.

9. Schlussfolgerung und Ausblick

In dieser Arbeit ist ein Weg aufgezeigt worden, wie keramische Materialien mit geringem Verschleiß, hoher Präzision und mit gesteigerter Produktivität bearbeitet werden können. Die Möglichkeiten zur Verkürzung der Trocknungsphasen ermöglichen eine weitere Zeit- und Kostenersparnis für die Herstellung mikrotechnischer Bauteile. Die Strukturen können bei vorheriger Trocknung der Bauteile auf 0,5 % Genauigkeit gefertigt werden.

Die Ermittlung der mechanischen Kennwerte Härte und E-Modul sind entscheidend für das Verständnis zur Einsetzbarkeit und Bearbeitung der Werkstoffe. Es konnte gezeigt werden, dass die Materialkenngrößen sich je nach Prozess unterscheiden. Die Berechnung der fertigungstechnischen Bewertungsgrößen wie z. B. die Bruchzähigkeit sind im nahezu statischen Zustand gemessen. Es wurde gezeigt, dass die dynamischen Einflüsse zu Unterschieden der Materialkennwerte Härte und E-Modul führt. In der Literatur sind je nach Bearbeitungsszenario verschiedene Kennwerte für das gleiche Material bekannt. Das Wissen über die dynamischen, prozesswirksamen Materialkennwerte muss dennoch weiter ausgebaut werden. Hierbei zeigte sich jedoch auch, dass ungebrannte Keramiken eine deutlich geringere Abhängigkeit von diesen dynamischen Effekten aufweisen. Aus den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen konnte keine Abhängigkeit der Materialkennwerte von dynamischen Einflüssen ausgemacht werden. Die Grundlagen der Berechnung der Bruchzähigkeit lassen sich in ihrer jetzigen Form so noch nicht anwenden. Die normalerweise unter langsamen, fast statischen Vorgängen gewonnen Kennwerte sind nicht die wirkenden Kennwerte im Prozess. Es sollten nun die Fertigungsprozesse Drehen, Fräsen und Bohren genutzt werden, um die Produktivität dieses Prozesses mit Metallen zu vergleichen.

Die Vereinfachungen (Temperatur, Kühlung, Ritzgeschwindigkeit etc.) während des Indents und der Ritztests begrenzen die Aussagekraft der Versuche. Die jetzige Analysetechnik für die Vorgänge beim Trennen sollten in Zukunft durch verbesserte Möglichkeiten erweitert werden. Hierbei sind vor allem das Trennen und die Interaktion des Diamanten bei diesen Bedingungen von hohem Interesse. Weiter sollten die Möglichkeiten für eine Steigerung der Vorschubgeschwindigkeiten während der Nanoindentation angestrebt werden. Eine reine, prozessbedingte Analyse der kritischen Spantiefe kann durch eine normierte Prozesskette in einem Nanoindenter ersetzt werden. Dieses hätte zur Folge, dass ein einheitliches Vorgehen zur Materialdatenbestimmung geschaffen werden kann.

In weiteren Versuchen kann die kritische Spantiefe mit der geometrisch bestimmbaren Spantiefe verglichen werden. Es könnten so unter Umständen Maschinenparameter für Werkstoffe gewonnen werden und das ohne den Umweg über anlagentechnische Anpassung zum duktilen Trennen.

Die genutzten Formeln zur Bestimmung der kritischen Spantiefe scheinen für ungebrannte Keramiken nur begrenzt verwendbar zu sein. Hierbei sind zwei Wege möglich: entweder sind die eingesetzten Parameter nur genähert oder die Formel muss für weitere Versuche angepasst werden. Hierbei ist vor allem auf den Oberflächenschädigungsfaktor, die Bruchzähigkeit und die wirkende Härte sowie den E-Modul Wert zu legen. Die Kraftmessung beim Trennschleifen in dieser Arbeit zeigt, dass die Einzelkräfte pro Diamant im μN bis mN Bereich angesiedelt sind und mittels des Nanoindentverfahrens nachempfunden werden können. Für weitere Versuche sollten zukünftig Verfahren der In-situ Kraftmessung entwickelt werden, die die geringen Trennkräfte genauer messen können, vor allem beim Vorhandensein einer aktiven Kühlung (Störeinfluss bei der Kraftmessung). Des Weiteren müssen die Kenntnisse der Materialeigenschaften auf weitere ungebrannte Keramiken erweitert werden, um eine genaue Bewertung der Fertigungspotentiale zu erhalten. Es gilt nun, die hier erarbeiteten Erkenntnisse auf andere, ungebrannte technische Porzellane zu übertragen und die daraus entstehenden Resultate zu vergleichen. In weiteren Studien und Arbeiten sollte der Zusammenhang zwischen den Materialkennwerten Härte, E-Modul und Bruchzähigkeit, die kurzzeitig bei einem Impuls wirken, untersucht werden. Das Bild 9.1 verdeutlicht, in welche Relation ungebrannte Keramiken zu anderen Werkstoffen bezüglich der mechanischen Kennwerte Härte und E-Modul zu setzen sind.

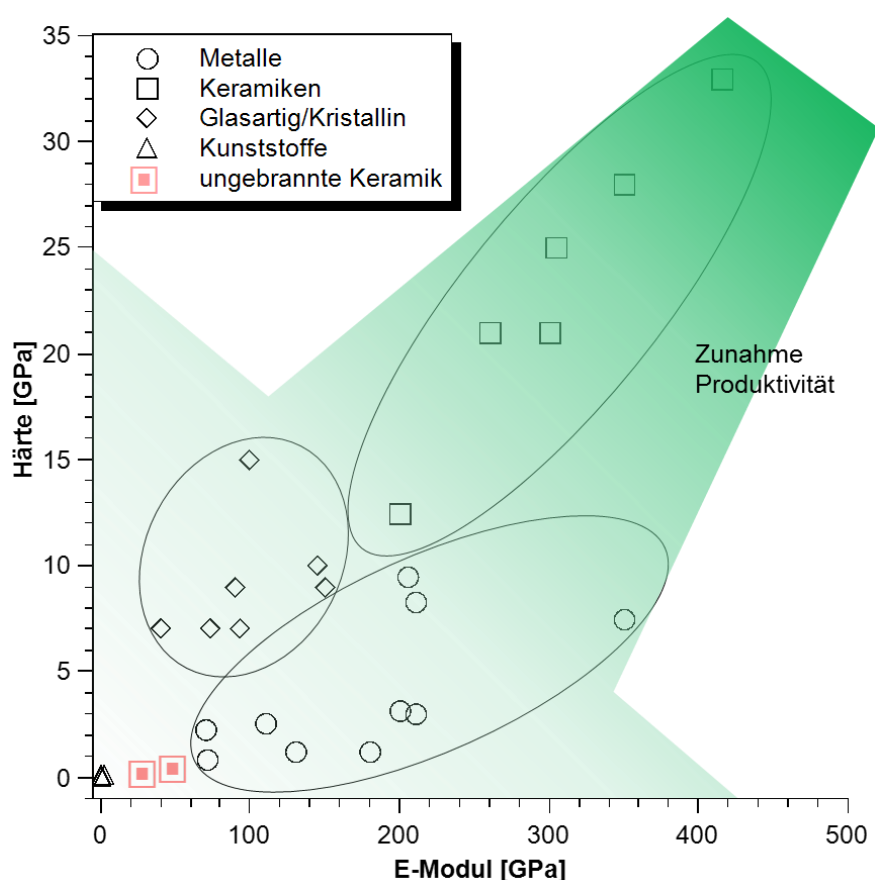


Bild 9.1 Eingliederung ungebrannter Keramiken in das Materialspektrum

Mit Abnahme der Härte und des E-Moduls nimmt die Produktivität der Bearbeitung zu, sodass sich die mögliche Anzahl an Fertigungsverfahren vervielfacht. Keramiken, Gläser und kristalline Werkstoffe werden vornehmlich schleifend bearbeitet, dabei sind jedoch die Zeitspanvolumina sehr gering ($< 2 \text{ mm}^3/\text{mm} \cdot \text{s}$). Metalle können jedoch mit Zeitspanvolumina von bis zu $> 50 \text{ mm}^3/\text{mm} \cdot \text{s}$ bearbeitet werden. Dies wird auf den Einsatz von Fertigungsverfahren mit bestimmter Schneide und den Einsatz verschleißreduzierender Hartstoffbeschichtungen der Werkzeuge (z.B. keramische Schichten) zurückgeführt. Die Werkstoffgruppe der Kunststoffe (Dreieck) liegt im Bereich geringer mechanischer Festigkeit (geringe Härte und geringes E-Modul). Ungebranntes Pyrophyllit befindet sich nahe der mechanischen Kennwerte der Kunststoffe und kann ähnlich verarbeitet werden. Die Möglichkeit, hochproduktive Prozesse einzusetzen, gekoppelt mit Materialeigenschaften nach dem Sintern wie geringer Duktilität und Temperaturunempfindlichkeit der Werkstoffe, ermöglichen die Herstellung komplexer keramischer Bauteile mit einfachen fertigungstechnischen Mitteln. Es wurde gezeigt, dass kleine Diamanten und dünne Trennschleifblätter eingesetzt werden können, um so die Strukturen der keramischen Bauteile weiter zu miniaturisieren. Die Präzisionsbearbeitung ungebrannter Keramiken ist möglich und zudem für eine spätere Batchfertigung voll einsetzbar. Es müssen keine neuartigen Prozessketten hierzu entwickelt werden.

10. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Prozesse entwickelt, die es ermöglichen, keramische Materialien endkonturnah vor dem Sintern herzustellen. Es konnten hochgenaue Strukturen mit Toleranzbereichen unter 0,5 % hergestellt werden. Der Verschleiß des Trennschleifblattes konnte bei Anwendung des Trennschleifens im ungebrannten Zustand deutlich reduziert werden. Der Zustand der ungebrannten Keramik Pyrophyllit ist nicht in die Kategorien sprödhart oder duktil-weich einzuordnen. Hierbei muss die Kategorie spröd-weich hinzugefügt werden. Werkstoffe dieser Kategorie besitzen nahezu kein elastisches Verhalten, sondern deutlich sprödes Ausbruchverhalten an den Schnittkanten. Sie bieten durch die Kombination von geringem Verschleiß, einfacher Bearbeitung und zum Teil geringer Formänderung ein hohes Einsatzpotential. Diese Werkstoffkategorie ermöglicht die Bearbeitung mit sowohl undefinierter als auch definierter Schneide.

Die bisherige mechanische Strukturierung keramischer Werkstoffe findet in allen drei Sinterzuständen grün, weiß und gesintert statt. Aufgrund der erheblichen Schrumpfung der Bauteile beim Sintern ist jedoch eine Endbearbeitung mikrotechnischer Bauteile notwendig. Zum Teil können komplexe Strukturen mit hoher geometrischer Genauigkeit nur begrenzt hergestellt werden. In dieser Arbeit konnten jedoch komplexe, mikrotechnologische Strukturen mit Querschnitten deutlich unter 500 µm hergestellt werden. Der Vorteil der geringen Schrumpfung des Pyrophyllits hat hierbei positive Auswirkungen. Weiterhin bieten die spannungsarme Fixierung, die geringen Prozesskräfte und die hochgenaue Fertigung durch das Trennschleifen einen weiteren Vorteil für die Bearbeitung ungebrannter technischer Porzellane in der Mikroproduktion.

Die mechanische Bearbeitung durch Trennschleifen konnte erfolgreich auf die ungebrannte Keramik erweitert werden. Die Bearbeitung mit kleineren Diamantgrößen < 15 µm wurde durchgeführt. Dies ermöglichte eine Reduzierung der Trennschleifblattstärke und somit die Erzeugung kleinerer Strukturen in Keramiken. Weiterhin erlaubten die hohen G-Verhältnisse eine Langzeitnutzung metallischer Trennschleifblätter für keramische Werkstoffe.

Hervorzuheben sind die Erkenntnisse bezüglich des Bruchverhaltens, der Härte und des E-Moduls. Beide Kennwerte Härte und E-Modul wirken sich auf bekannte Charakterisierungsgrößen wie kritische Spantiefe und Bruchzähigkeit aus. Für ungebrannte Keramiken können die bekannten Gleichungen nur bedingt angewendet werden. Hier zeigt sich ein erhöhter Forschungsbedarf, diesen Materialzustand fertigungstechnisch zu beschreiben. Für zukünftige Forschungsarbeiten ist die genaue Eingliederung der spröd-weichen Werkstoffe von großer Bedeutung. Sie ermöglichen ein hohes Zeitspannvolumen, kombiniert mit hoher Qualität und Produktivität.

Die Kombination aus der Kenntnis über die Volumenzunahme der Keramik beim Sintern, den erarbeiteten Richtlinien zur mechanischen Bearbeitung und den Materialeigenschaften ermöglichen den Einsatz ungebrannter Keramiken in der Mikroproduktionstechnik.

Am Anfang dieser Arbeit wurden drei Fragen einleitend aufgeworfen:

„Wie verhält sich eine ungebrannte Keramik?“

Hier kann das Modell der spröde-weichen Werkstoffe zukünftig genutzt werden, da gezeigt wurde, dass diese Kategorie beschrieben und charakterisiert werden kann.

„Wie kann diese in das vorhandene Wissensspektrum integriert werden?“

Auf Basis der gewonnenen Ergebnisse zeigt sich, dass keramische Materialien wie Pyrophyllit ein hohes Einsatzpotential für die Mikroproduktionstechnik besitzen. Erste Ansätze für eine Integration in bestehende Prozessketten wurden durchgeführt. Hierbei wurden erste Versuche mit durchkontaktierten Substraten auf Basis von Pyrophyllit durchgeführt und es wurden Strukturen für mikrotechnologische Anwendungen hergestellt [STO15]. Weiterhin zeigten Beschichtungsversuche ein hohes Potential, die Palette an Substratmaterialien durch dieses Material zu erweitern.

„Wie kann das Potential nutzbar gemacht werden?“

Hier bedarf es weiterer Arbeiten zu Themen wie der hermetischen Einhausung, des Fügens mittels geeigneter Klebstoffe, der Ultrapräzisionsbearbeitung und der Oberflächenvorbereitung. Eine weitere werkstoffseitige Entwicklung des Ausgangsmaterials hin zu mehr Materialhomogenität würde die Anwendbarkeit erweitern. Die hier gewonnenen Ergebnisse sollten auf Fertigungsverfahren wie Mikro-Fräsen, -Drehen und -Bohren erweitert werden. Die Erkenntnisse aus dieser Arbeit bieten für die genannten zukünftigen Arbeiten eine detaillierte Grundlage.

11. Literaturverzeichnis

- [ADT15a] ADT Dicing: Principles of Dicing, Advanced Dicing Technologies Ltd., Haifa Israel, 2015
- [ADT15b] ADT Dicing: Dicing trough Hard and Brittle Materials in the micro Electronic Industry, Advanced Dicing Technologies Ltd., Haifa Israel, 2015
- [ALB14] Albert, H.: Integration von Keramik, Präsentation Fachgruppe technische Keramik, Keramikverband.de, 2014
- [ALK01] Alkan, Z.; Kugeler, K.; Kaulbarsch, R.; Manter, C.: Silicon carbide encapsulated fuel pellets for light water reactors. Progress in Nuclear Energy, 38(3), 411-414., 2001
- [AMR06] Amritphale, S. S.; Bhasin, S.; Chandra, N.: Energy efficient process for making pyrophyllite-based ceramic tiles using phosphoric acid and mineralizers. Ceramics international, 32(2), 181-187, 2006
- [AMR92] Amritphale, S. S.; Chandra, N.; Kumar, R.: Sintering behavior of pyrophyllite mineral: effect of some alkali and alkaline-earth metal carbonates, Journal of materials science, 27(17), 4797-4804, 1992
- [ANN05] Anné, G.; Vanmeensel, K.; Vleugels, J.; Van der Biest, O.: Electrophoretic deposition as a novel near net shaping technique for functionally graded biomaterials. In Materials Science Forum (Vol. 492, pp. 213-218), 2005
- [ARD01] Ardelt, Th.: Einfluss der Relativbewegung auf den Prozess und das Arbeitsergebnis beim Planschleifen mit Planetenkinematik, Berichte aus dem Produktionstechnischen Zentrum Berlin, 2001
- [ARI12] Arif, M.; Rahman, M.; San, W. Y.: An experimental investigation into micro ball end-milling of silicon. Journal of Manufacturing Processes, 14(1), 52-61, 2012
- [AUS11] Austgen, M.: Serielles Co-Sputtern: Entwicklung einer flexiblen Beschichtungstechnologie und deren Charakterisierung am Beispiel der Ratenerhöhung von Metalloxiden durch Co-Dotierung, Dissertation RWTH Aachen, 2011
- [BAC05a] Bach, F.-W.: Moderne Beschichtungsverfahren. Wiley-VCH, 2. Auflage, 2004, ISBN 3527309772
- [BAC05b] Bach, Fr.-W.; Möhwald, K.; Drößler, B.; Engl, L.: Technik und

- Potenziale des Verschleißschutzes mittels thermisch gespritzter Beschichtungen, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Nr. 8, S. 353-359, 2005.
- [BAR06] Bartelt, H.: Entwicklung von Bauteilen aus keramischen Werkstoffen für Axialkolbenmaschinen der Hydrostatik, Cuvillier, E; Auflage: 1., Aufl., 2006, ISBN: 3867270260
- [BAU07] Bauer, W.; Hanemann, T.; Heldele, R., Müller, M.: Erfahrungen zum Einsatz von niedrigviskosen Bindersystemen beim Spritzgießen von keramischen Mikrobautteilen. GMM-Fachbericht-Technologien und Werkstoffe der Mikro-und Nanosystemtechnik, 2007
- [BAU10] Baum, M.; Jia, C.; Haubold, M.; Wiemer, M.; Schneider, A.; Rank, H.; Gessner, T.: Eutectic wafer bonding for 3-D integration. In Electronic System-Integration Technology Conference, 3rd (pp. 1-6). IEEE, 2010
- [BEN02] Bentayeb, A.; Amouric, M.; Olives, J.; Dekayir, A.; Nadiri, A.: XRD and HRTEM characterization of pyrophyllite from Morocco and its possible applications. Applied clay science, 22(5), 211-221, 2002
- [BHA09] Bahadir, E.; Yuzugullu, B.; Yazici, A. R.; Canay, S.: Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. Journal of dentistry, 37(11), 848-856, 2009
- [BIF91] Bifano, T.G.; Dow, T.A.; Scattergood, R.O.: „Ductile-Regime Grinding: A New Technology for Machining Brittle Materials“, Journal of Engineering for Industry, 1991, S. 184-189.
- [BOB08] Bobzin, K.; Bagcivan, N.; Immich, P.; Pinero, C.; Goebbels, N.; Krämer, A.: PVD—eine Erfolgsgeschichte mit Zukunft. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 39(1), 5-12, 2008
- [BRA04] Bragança, S. R.; Bergmann, C. P.: Traditional and glass powder porcelain: technical and microstructure analysis. Journal of the European Ceramic Society, 24(8), 2383-2388, 2004
- [BRI10] Brinksmeier, E.; Mutlugünes, Y.; Klocke, F.; Aurich, J. C.; Shore, P.; Ohmori, H.: Ultra-precision grinding. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 59(2), 652-671, 2010
- [BRI12] Brinksmeier, E.; Preuss, W.: Micro-machining. Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 370(1973), 3973-3992, 2012

- [BUR07] Burzo, E.: Pyrophyllite, talc and related silicates. In *Phyllosilicates* (pp. 59-107). Springer Berlin Heidelberg, 2007
- [CAI05] Cai, K.; Huang, Y.; Yang, J.: Alumina gelcasting by using HEMA system. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(7), 1089-1093, 2005
- [CAN80] Cannon, R. M.; Rhodes, W. H.; Heuer, A. H.: Plastic Deformation of Fine-Grained Alumina (Al_2O_3): I, Interface-Controlled Diffusional Creep. *Journal of the American Ceramic Society*, 63(1-2), 46-53, 1980
- [CAO04] Cao, X. Q.; Vassen, R.; Stoeber, D.: Ceramic materials for thermal barrier coatings. *J. of the European Ceramic Society*, 24(1), 1-10, 2004
- [CAR13] Carpenter, L. G.: Precision dicing and micromilling of silica for photonics (Doctoral dissertation, University of Southampton), 2013
- [CAR98] Carty, W. M.; Senapati, U.: Porcelain—raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society*, 81(1), 3-20, 1998
- [CHA05] Chandra, N.; Agnihotri, N.; Bhasin, S.; Khan, A. F.: Effect of addition of talc on the sintering characteristics of fly ash based ceramic tiles. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(1), 81-88, 2005
- [CHA92] Chandra, N.; Amritphale, S. S.; Kumar, R.: Sintering behaviour of pyrophyllite mineral: effect of some alkali and alkaline-earth metal carbonates. *Journal of materials science*, 27(17), 4797-4804, 1992
- [CON01] O'Connor, B. P.; Grejda, R. D.; Knapp, B. R.; Marsh, E. R.: *Single-Point Diamond Machining OF Silicon*, The Machine Dynamics Research Laboratory, Pennsylvania State University, 2001
- [COO06] Cooke, M.: Scribe and dice, *The Advanced Semiconductor Magazin* Vol. 19, III-Vs Review, 19(4), 20-24, 2006
- [DEN08] Denkena, B., Boehnke, D., Kästner, J.: Microstructuring of functional surfaces by means of cutting processes. *Prod. Eng. Res. Devel.* 2, 1, 21–25, 2008
- [DEN10] Denkena, B., Kästner, J., and Wang, B.: Advanced microstructures and its production through cutting and grinding. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 59, 1, 67–72, 2010

- [DEN11] Denkena, B.; Tönshoff, H. K.: Spanen: Grundlagen; Springer-Verlag, 2011
- [DEN13a] Denkena, B., Köhler, J., van der Meer, M.: A roughness model for the machining of biomedical ceramics by toric grinding pins. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology 6, 1, 22–33, 2013
- [DEN13b] Turger, A., Köhler, J., Denkena, B., Correa, T. A., Becher, C., & Hurschler, C.: Manufacturing conditioned roughness and wear of biomedical oxide ceramics for all-ceramic knee implants. Biomedical engineering online, 12(1), 84, 2013
- [DHA02] Dhara, S.; Kamboj, R. K.; Pradhan, M.; Bhargava, P.: Shape forming of ceramics via gelcasting of aqueous particulate slurries. Bulletin of Materials Science, 25(6), 565-568, 2002
- [DIC04] Dickerson, M. B.; Wurm, P. J.; Schorr, J. R.; Hoffman, W. P.; Wapner, P. G.; Sandhage, K. H.: Near net-shape, ultra-high melting, recession-resistant ZrC/W-based rocket nozzle liners via the displacive compensation of porosity (DCP) method. Journal of materials science, 39(19), 6005-6015, 2004
- [DIE13] Dietz, P.: Konstruktion verfahrenstechnischer Maschinen: bei besonderen mechanischen, thermischen oder chemischen Belastungen. Springer-Verlag, 2013
- [DIS15] Disco Corporation: Laser Application, www.disco.co.jp, 2015
- [DRU12] Drummer, D.: Verbindungstechnik für Leichtbau und erneuerbare Energien, DVS Forschungsseminar, Erlangen, 2012
- [DUB13] Dubbel, Heinrich. DUBBEL: Taschenbuch für den Maschinenbau. Eds. Wolfgang Beitz, and Karl-Heinz Küttner. Springer-Verlag, 2013.
- [DUT05] Dutschke, W.; Keferstein, C.: Fertigungsmesstechnik: Praxisorientierte Grundlagen, moderne Messverfahren, Taschenbuch, Teubner Verlag, 2007
- [EBE08] Ebert, R.; Streek, A.; Regenfuss, P.; Exner, H.: Selektives Lasersintern keramischer Mikrobauteile, Zeitschrift Mikroproduktion, Hanser Verlag, 2008
- [ESP36] Espe, W.; Knoll, M.: Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik, Springer Berlin Heidelberg, 1936

- [FAN07] Fang, L.; He, D.; Chen, C.; Ding, L.; Luo, X.: Effect of precompression on pressure-transmitting efficiency of pyrophyllite gaskets. *High Pressure Research*, 27(3), 367-374, 2007
- [FIS11] Fischer-Cripps, A. C. 2011. Nanoindentation Testing. In *Nanoindentation*, F. L. Frederick, W. O. Winer, A. E. Bergles, G. A. Klutke, K. K. Wang, I. Finnie, J. R. Welty, M. D. Bryant, H. T. Yang, V. C. Mow, F. A. Leckie, D. Gross and A. C. Fischer-Cripps, Eds. *Mechanical Engineering Series*. Springer New York, New York, NY, 21–37. DOI=10.1007/978-1-4419-9872-9_2.
- [FRI97] Fritsch, A.: Schleifen von Cermets. Dem Fachbereich Maschinenbau der Universität Hannover vorgelegte Dissertation, Hannover 1997
- [FRI04] Fritz, A., Schulze, G.: *Fertigungstechnik*, Springer Verlag, 2004
- [FRI05] Friedel, T.; Travitzky, N.; Niebling, F.; Scheffler, M.; Greil, P.: Fabrication of polymer derived ceramic parts by selective laser curing. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(2), 193-197, 2005
- [FRI11] Friedrichs, P.; Tsunenobu, K.; Ley, L.; Pensl, G.: *Silicon Carbide: Volume 2: Power Devices and Sensors*, Wiley-VCH, ISBN 978-3-527-62908-4, 2011
- [FRI14] Mayer, H.; Reckziegel, A.; Willmann, G.: *Konstruieren mit Keramik-Herstellung und Maßhaltigkeit ohne Nachbearbeitung*, 2014
- [GAT02] Gatzen, H. H.; Jones, G. M.; Karyazin, A.: Chipping Minimization during Dicing and Slicing. *Proc. ASPE 17th Ann. Meet.*, St. Louis, 551-556, 2002
- [GER02] Gerber, M.; Arguello, N.: A comparison between single versus dual spindle saw processes for copper metallized wafers. In *Electronic Components and Technology Conference*, 2002. *Proc. 52nd* (pp. 1167-1171). IEEE, 2002
- [GES01] Gessner, T.; Frömel, J.; Wiemer, M.: AVT als Basis erfolgreicher MEMS-Kommerzialisierung, *Mikroproduktion*, Nr.1, S.10-14 ISSN: 1614-4538, 2001
- [GLO11] Globisch, S.: *Lehrbuch Mikrotechnologie*, Hanser Verlag, 2011
- [GOE07] Gökçe, B.; Özpınar, B.; DüNDAR, M.; Cömlekoglu, E.; Sen, B. H.; Güngör, M. A.: Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching.

Operative dentistry, 32(2), 173-178, 2007

- [GOO15] Goodfellow: Produktkatalog Schrauben und Bolzen aus Keramik, www.goodfellow.com, 2015
- [HAE06] Häse, A.: Miniaturmessverfahren zur Bestimmung mechanischer Kennwerte von Lotwerkstoffen aus der Mikroelektronik (Doctoral dissertation, Ph. D. TU Berlin), 2006
- [HAG05] Hagymási, M.; Roosen, A.; Karmazin, R.; Dernovsek, O.; Haas, W.: Constrained sintering of dielectric and ferrite LTCC tape composites. Journal of the European Ceramic Society, 25(12), 2061-2064. 2005
- [HAY12] Haynes, W. M. CRC Handbook of Chemistry and Physics, 93rd Edition: Taylor & Francis, 2012. Print. CRC Handbook of Chemistry and Physics.
- [HEL01] Helbig, J.: Grundzüge der Keramik, Skript Helbig, J. (2001). Grundzüge der Keramik ETH Zürich, 2001
- [HIL06] Hilbrans, H., Hübner, K.-H., Krüger, O., Bargel, H.-J., and Schulze, G. 2006. Werkstoffkunde (VDI-Buch) (German Edition). VDI-Buch. Springer, Dordrecht.
- [HIL07] Hiller, K.: Anwendung von Niedertemperaturbondverfahren für optische Komponenten, Präsentation SFB 379, Projekt C4, 2007
- [IMA06] Imanaka, Y.: Multilayered low temperature cofired ceramics (LTCC) technology. Springer Science Business Media, 2006
- [IKA07] Ikari, M. J., Saffer, D. M., and Marone, C. 2007. Effect of hydration state on the frictional properties of montmorillonite-based fault gouge. J. Geophys. Res. 112, B6.
- [ITK01] Informationszentrum Technische Keramik: Verband der Keramischen Industrie e.V., Fahner Verlag, Foliensatz Technische Keramik für Hochschulen, 2001
- [JAN08] Janssen, R.; Scheppokat, S.; Claussen, N.: Tailor-made ceramic-based components—Advantages by reactive processing and advanced shaping techniques. J. of the European Ceramic Society, 28(7), 1369-1379, 2008
- [JAN92] Janney, M. A.; Calhoun, C. L.; Kimrey, H. D.: Microwave Sintering of Solid Oxide Fuel Cell Materials: I, Zirconia-8 mol% Ytria. Journal of the American Ceramic Society, 75(2), 341-346, 1992

- [KAG14] Kager GmbH, Produktkatalog Keramikfaser, 2014
- [KER04] Wagner, R.: Hochbelastbare SN-Bauteile für den Maschinen- und Motorenbau, Keramikverband.de, 2004
- [KOL09] Kollenberg, W.: Technische Keramik, 2. Auflage, Vulkanverlag, 2009
- [LAN01] Landesberger, C.; Klink, G.; Schwinn, G.; Aschenbrenner, R.: New dicing and thinning concept improves mechanical reliability of ultra thin silicon, Adv. Pack.Mat.: Proc., Prop. and Interfaces, Proc.. Int. Symp.on , vol., no., pp. 92-97, 2001
- [LEN14] Lenke, I.: Kosten- und nutzenorientierte Auswahl silikatischer Werkstoffe, Ceramtec Präsentation, 2014
- [LI05] Li, X. P.; He, T.; Rahman, M.: Tool wear characteristics and their effects on nanoscale ductile mode cutting of silicon wafer. Wear, 259(7), 1207-1214, 2005
- [LLO06] LLorca, J.; Orera, V. M.: Directionally solidified eutectic ceramic oxides. Progress in Materials Science, 51(6), 711-809, 2006
- [LUH09] Luhn, R.: Klebe- und Fügetechnologien - Forschung für die Industrie, Günther-Köhler-Institut Jena, 2009
- [MAY08a] Mayer, H. Fügen von Oxidkeramik, Friatec GmbH, DKG 85 No. 12, 2008
- [MAY08b] May, I. U.; Stromberger, D. I. F.; Kohl, D. I. J.; Berroth, K.: Technisches Potenzial keramischer Kolbenbolzen. MTZ-Motortechnische Zeitschrift, 69(5), 444-450, 2008
- [MAS13] Masolin, A., Bouchard, P.-O., Martini, R., and Bernacki, M. 2013. Thermo-mechanical and fracture properties in single-crystal silicon. J Mater Sci 48, 3, 979–988
- [MAT05] Matsumura, T., Hiramatsu, T., Shirakashi, T., and Muramatsu, T. 2005. A Study on Cutting Force in the Milling Process of Glass. Journal of Manufacturing Processes 7, 2, 102–108
- [MCP89] McPherson, R: A review of microstructure and properties of plasma sprayed ceramic coating,. Surface and Coatings Technology 39, 173-181, 1989
- [MIN01] Mineral data publishing: Pyrophyllite, www.handbookofmineralogy.org, 2001

- [MUK10] Mukhopadhyay, T. K.; Ghatak, S.; Maiti, H. S.: Pyrophyllite as raw material for ceramic applications in the perspective of its pyrochemical properties. *Ceramics International*, 36(3), 909-916, 2010
- [NII04] Niihara, K.; Kim, B. S.; Nakayama, T.; Kusunose, T.; Nomoto, T.; Hikasa, A.; Sekino, T.: Fabrication of complex-shaped alumina/nickel nanocomposites by gelcasting process. *J. of the Eu. Cer. Soc.*, 24(12), 3419-3425, 2004
- [OLI97] Oliveira, V.; Vilar, R.; Conde, O.; Freitas, P.: Laser micromachining of Al₂O₃- TiC ceramics. *J. of materials research*, 12(12), 3206-3209, 1997
- [OZE06] Ozer, I. O.; Suvaci, E.; Karademir, B.; Missiaen, J. M.; Carry, C. P.; Bouvard, D.: Anisotropic sintering shrinkage in alumina ceramics containing oriented platelets. *Journal of the American Ceramic Society*, 89(6), 1972-1976, 2006
- [PAD94] Padture, N. P.: In Situ-Toughened Silicon Carbide. *Journal of the American Ceramic Society*, 77(2), 519-523, 1994
- [PAT05] Patten, J.; Gao, W.; Yasuto, K.: Ductile regime nanomachining of single-crystal silicon carbide. *Journal of manufacturing science and engineering*, 127(3), 522-532, 2005
- [PAU96] Paucksch, E.: Zerspantechnik. Vieweg Verlag, Fachbücher der Technik, Braunschweig, 1996
- [PEN15] Pennsylvania State University: Machine Dynamics Research Laboratory, Instrumentation for precision grinding and micromilling, 2015
- [PFR10] Pfrengle, A.; Binder, J. R.; Ritzhaupt-Kleissl, H. J.; Hausselt, J.; Müller, C.; Gietzelt, T.: Optimizing Net-Shape Ceramics for Green Machining. *International J. of Applied Ceramic Technology*, 7(2), 189-196, 2010
- [PHI11] PHI: Entwicklung von Hochleistungswerkstoffen: Zuverlässigkeit unter dem Mikroskop, PHI 1, ISSN: 1616-2757, 2011
- [SUB03] Subrahmanyam, P. K.: Laser micromachining in the microelectronics industry: emerging applications. In *High-Power Lasers and Applications* (pp. 188-197). International Society for Optics and Photonics, 2003

- [SUN11] Sun, Y.-l., Zuo, D.-w., Wang, H.-y., Zhu, Y.-w., and Li, J. 2011. Mechanism of brittle-ductile transition of a glass-ceramic rigid substrate. *Int J Miner Metall Mater* 18, 2, 229–233.
- [QIN10] Qin, Y.; Brockett, A.; Ma, Y.; Razali, A.; Zhao, J.; Harrison, C.; Loziak, D.: Micro-manufacturing: research, technology outcomes and development issues. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 47(9-12), 821-837, 2010
- [ROS06] Rosso, M.: Ceramic and metal matrix composites: Routes and properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 175(1), 364-375, 2006
- [ROT94] Roth, P.: Abtrennmechanismen beim Schleifen von Aluminiumoxidkeramik, *Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 2: Fertigungstechnik* Nr. 335, VDI Verlag Düsseldorf, 1994
- [RUE14] Rüssel, C.: Silicat- und Oxidkeramik, Skript, Universität Jena, 2014
- [RUP05] Ruppi, S.: Deposition: microstructure and properties of texture-controlled CVD α -Al₂O₃ coatings, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Volume 23, Issues 4–6, Pages 306-316, ISSN 0263-4368, 2005
- [SAL07] Salmang, H., and H. Scholze. "Eigenschaften keramischer Werkstoffe." *Keramik* (2007): 381-463.
- [SAM95] Sampath, S., Gansert R., and Herman H.: Plasma-spray forming ceramics and layered composites, *JOM* 47.10, 30-33, 1995
- [SCH08a] Schneider, H.; Schreuer, J.; Hildmann, B.: Structure and properties of mullite—a review. *J. of the Europ. Ceramic Society*, 28(2), 329-344, 2008
- [SCH08b] Schröder, T.: Hochzeit für ungleiche Paare, *Fraunhofer Zeitschrift* 4, 2008
- [SCH12] Schillig, C.: Fügen von keramischen Komponenten der Hochtemperatur-Brennstoffzellen mittels Glas-und Glaskeramikloten, *Dissertation Universität Erlangen*, 2012
- [SCH13] Schmitt-Thomas, Karlheinz G. *Metallkunde für das Maschinenwesen: Band I, Aufbau und Eigenschaften metallischer Werkstoffe*. Springer-Verlag, 2013.
- [SEB08] Sebastian, M. T.; Jantunen, H.: Low loss dielectric materials for

- LTCC applications: a review. Intern. Materials Reviews, 53(2), 57-90, 2008
- [SEI05] Seitz, H.; Rieder, W.; Irsen, S.; Leukers, B.; Tille, C.: Three-dimensional printing of porous ceramic scaffolds for bone tissue engineering. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, 74(2), 782-788, 2005
- [SHA08] Shackelford, J. F.; Doremus, R. H.: Ceramic and glass materials. Springer, New York. Shelleman, RA, Messing, GL, (1988). Liquid-phase-assisted transformation of seeded γ -alumina. J. Am. Ceram. Soc, 71, 317-322, 2008
- [SHL13] Rissing, L.; Stute, U.; Stompe, M.; Cvetkovic, S.; von Witzendorff, P.: Schleifscheibenkonditionierung mittels Laserstrahlung und kontaktlose Werkzeugüberwachung für die Ultrapräzisionsbearbeitung von sprödharten Materialien, 66. Ausgabe Jahrbuch Schleifen, Honen, Läppen und Polieren, Vulkan Verlag, Essen, 2013
- [SOA05] Soares, C. J.; Soares, P. V.; Pereira, J. C.; Fonseca, R. B.: Surface Treatment Protocols in the Cementation Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, 17(4), 224-235, 2005
- [SPU89] Spur, G.; Uhlmann, E.: Bearbeitung von Keramik. In Keramik-Bauteile in Verbrennungsmotoren (pp. 104-127). Vieweg+ Teubner Verlag, 1989
- [STE14] Steiert, M.; Wilde, J.: Influence of dicing damages on the thermo-mechanical reliability of bare-chip assemblies. Microelectronics Reliability, 54(9), 1686-1691, 2014
- [STO12] Stompe, M., Cvetkovic, S., Taptimthong, P., Rissing, L.: Dressing Criteria for Inline Laser Dressing of Metal-bonded Dicing Blades, Proc. 12th euspen Int. Conf. 2012, Stockholm, Sweden, pp. 201-204
- [STO15] M. Stompe, L. Rissing: Vertical Interconnect Access (VIA) in Technical Porcelain for MEMS. Proc. Smart System Integration (SSI 2015), Copenhagen, pp.461-464, 2015
- [SUZ07] Suzuki, H.; Moriwaki, T.; Yamamoto, Y.; Goto, Y.: Precision cutting of aspherical ceramic molds with micro PCD milling tool. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 56(1), 131-134, 2007

- [TAK07] Takyu, S.; Kiritani, M.; Kurosawa, T.; Shimizu, N.; Sato, A.; Maeda, J.; Takamatsu, H.: Novel flip chip technologies for ultra-thin chip. In Electronic Components and Technology Conference, 2007. ECTC'07. Proceedings. 57th (pp. 1326-1332). IEEE, 2007
- [TAN05] Tanaka, K.; Konishi, T.; Ide, M.; Meng, Z.; Sugiyama, S.: Fabrication of microdevices using bulk ceramics of lead zirconate titanate. Japanese journal of applied physics, 44(9S), 7068, 2005
- [TAO04] Tao, Y.; Malshe, A. P.; Brown, W. D.: Selective bonding and encapsulation for wafer-level vacuum packaging of MEMS and related micro systems. Microelectronics Reliability, 44(2), 251-258, 2004
- [TEL07] Telle, R.; Salmang, H.; Scholze, H.: Keramik. Berlin: Springer, 2007
- [TSC02] Tschätsch, H.: Praxis der Zerspantechnik: Verfahren, Werkzeuge, Berechnung, pp. 292, 2002.
- [UHL13] Uhlmann, E.: Schleifen, Honen, Läppen: Skript TU Berlin, 2013
- [VAN03] Vandeperre, L. J.; De Wilde, A. M.; Luyten, J.: Gelatin gelcasting of ceramic components. J. of Mat. Proc. Technology, 135(2), 312-316, 2003
- [VEL07] Vela, E.; Peiteado, M.; García, F.; Caballero, A. C.; Fernández, J. F.: Sintering behaviour of steatite materials with barium carbonate flux. Ceramics international, 33(7), 1325-1329, 2007
- [VIN58] Vines, R. F.; Semmelman, J. O.; Lee, P. W.; Fonvielle, F. P.: Mechanisms involved in securing dense, vitrified ceramics from preshaped partly crystalline bodies. Journal of the American Ceramic Society, 41(8), 304-309, 1958
- [WAC54] Wachtman, J. B.; Maxwell, I. H.: Plastic Deformation of Ceramic-Oxide Single Crystals. J. of the Am. Ceramic Society, 37(7), 291-299, 1954
- [WES03] Westkämper, E.: Einführung. In neue Organisationsformen im Unternehmen (pp. N1-N15). Springer Berlin Heidelberg, 2003
- [WEI10] Weißenbach, W.; Dahms, M.: Werkstoffkunde: Struktur, Eigenschaften und Prüfung, Taschenbuch, Teubner Verlag, 2010
- [WIL91] Wilks, J., Wilks, E.: Properties and applications of diamond. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1991.

- [WIR06] Wirthwein, C.: Vergleichende Bewertung der kritischen Festigkeitseigenschaften dentaler Feldspatkeramiken der Firma DCS. Diss. Freie Universität Berlin, 2006.
- [WIT11] Withell, A.; Diegel, O.; Grupp, I.; Reay, S.; de Beer, D.; Potgieter, J.: Porous ceramic filters through 3D printing. In Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping: Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal, 28 September-1 October, (p. 313). CRC Press, 2011
- [XIO10] Xiong, D.; Cheng, J.; Li, H.; Deng, W.; Ye, K.: Anodic bonding of glass-ceramics to stainless steel coated with intermediate SiO₂ layer. Microelectronic Engineering, 87(9), 1741-1746, 2010
- [YAN02] Yan, J.; Syoji, K.; Kuriyagawa, T.; Suzuki, H.: Ductile regime turning at large tool feed. Journal of Materials Processing Technology, 121(2), 363-372, 2002
- [YAN09] Yan, J.; Asami, T.; Harada, H.; Kuriyagawa, T.: Fundamental investigation of subsurface damage in single crystalline silicon caused by diamond machining. Precision engineering, 33(4), 378-386, 2009
- [YOU07] Young, H. T.; Liao, H. T.; Huang, H. Y.: Novel method to investigate the critical depth of cut of ground silicon wafer. Journal of materials processing technology, 182(1), 157-162, 2007
- [ZHA10] Zhang, Z.; Meng, Y.; Guo, D.; Wu, L.; Tian, Y.; Liu, R.: Material removal mechanism of precision grinding of soft-brittle CdZnTe wafers. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 46(5-8), 563-569, 2010
- [ZUE08] Zuehlke, H. U.; Eberhardt, G.; Mende, P.: TLS-Dicing-the way to higher yield and throughput. In Semiconductor Manufacturing (ISSM), 2008 International Symposium on (pp. 301-304). IEEE, 2008

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name Manuel Stompe
E-Mail manuel.stompe@gmx.de
Geburtsdatum / Ort 10.01.85 in Weimar

Höchster Schulabschluss

01.10.97 - 01.07.03 Gymnasium
Abschluss: Abitur

Berufliches

01.02.04 - 01.09.04 Unternehmen/Institution: LIS GmbH & Co. KG

01.09.07 - 01.02.08 Unternehmen/Institution: BMW AG Werk Leipzig

01.09.08 - 01.03.10 Unternehmen/Institution: Fraunhofer Institut für Werkstoff und Strahltechnik

Studium

01.10.04 - 01.05.10 Studienfach: Maschinenbau
Studienrichtung: Produktionstechnik

Hochschule/Institution: TU Dresden

Diplomarbeit: Untersuchungen zu Schneidgasströmungen im Schnittspalt (Laserschmelzschnneiden mittels Festkörperlaser)

01.06.10 - Studienfach: Produktionstechnik
Studienrichtung: Mikroproduktionstechnik

Hochschule/Institution: Leibniz Universität Hannover

Art des Abschlusses: Promotion/PHD
Erzielter bzw. erwarteter Titel: Dr. Ing.